

EPITAKTISCHES WACHSTUM VON  
 $\gamma$ -Fe-FILMEN AUF Cu (111)  
EINE UNTERSUCHUNG MIT LEED UND AES

INAUGURAL-DISSERTATION  
zur  
Erlangung der Doktorwürde  
des  
Fachbereichs Physik  
der  
Philipps-Universität Marburg/Lahn

vorgelegt von  
PETER TILLMANNS  
aus Mainz

Marburg/Lahn 1977

---

Druck: Görich & Weiershäuser, Marburg



EPITAKTISCHES WACHSTUM VON  
 $\gamma$ -Fe-FILMEN AUF Cu(111)  
EINE UNTERSUCHUNG MIT LEED UND AES

INAUGURAL-DISSERTATION  
zur  
Erlangung der Doktorwürde  
des  
Fachbereichs Physik  
der  
Philipps-Universität Marburg/Lahn



vorgelegt von  
PETER TILLMANNS  
aus Mainz

Marburg/Lahn 1977

---

Druck: Görich & Weiershäuser, Marburg



Vom Fachbereich Physik der Philipps-Universität Marburg/Lahn  
als

Dissertation angenommen am 21.1.77

Tag der mündlichen Prüfung 18.2.77

Berichterstatter :

Prof. Dr. U. Gradmann

Mitberichterstatter :

Prof. Dr. W. Walcher

## Zusammenfassung

Die Epitaxie von Fe auf Cu(111) wurde untersucht. Dabei interessierte einmal die Pseudomorphie des aufwachsenden Fe und die Temperaturabhängigkeit des Strukturübergangs von  $\gamma$ - in  $\alpha$ -Fe. Hierzu gibt es in der Literatur Hinweise bei KORITKE [3], JESSER und MATTHEWS [4,5] und WRIGHT [6]. Danach wächst Fe auf Cu in der bei Zimmertemperatur nicht stabilen, kfz  $\gamma$ -Phase auf und man findet einen Übergang zur krz  $\alpha$ -Phase bei zunehmender Schichtdicke.

Zum anderen galt das Interesse der Wachstumsart des Fe, d.h. der Frage, ob Fe flächenhaft oder inselhaft aufwächst und unter welchen Bedingungen die eine Wachstumsform in die andere übergeht. Hierzu findet man in der Literatur Hinweise bei JESSER und MATTHEWS [4] und WRIGHT [6], die bei Zimmertemperatur flächenhaftes Wachstum fanden, und bei KORITKE [3] und JESSER und MATTHEWS [5], die bei ca. 400°C Inselbildung beobachteten. Die systematische Untersuchung des Übergangs war ein Ziel dieser Arbeit.

Für die experimentellen Untersuchungen stand eine LEED-AES-Apparatur zur Verfügung. Zum Studium der Pseudomorphie und der Temperaturabhängigkeit des Strukturübergangs wurde die LEED-Einrichtung eingesetzt. Dabei konnten die Ergebnisse von [3-6] bestätigt werden. Darüber hinaus konnte für die  $\gamma$ -Phase auf Cu(111) vollständige Pseudomorphie nachgewiesen werden. In dieser Phase wächst das Fe bis zu einer temperaturabhängigen Schichtdicke auf und oberhalb in der bei Zimmertemperatur stabilen  $\alpha$ -Phase. Hierbei ist

krz(110);  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  parallel zu kfz(111);  $[10\bar{1}]$ .

Die Schichtdicke, bei welcher die ersten  $\alpha$ -Reflexe auftreten wurde im Substrat-Temperaturbereich von 20°C-400°C untersucht; sie wächst von 9.6 Å bei 20°C monoton auf > 80 Å bei 400°C.

Mit Hilfe von AES wurde der Übergang vom flächenhaften zum inselhaften Wachstum bei Variation der Parameter Substrattemperatur und/oder Aufdampfrate ausführlich untersucht; eine systematische Untersuchung dieser Art -auch an anderen Systemen- fehlte unseres Wissens bisher.

Bezüglich des Einflusses der Substrattemperatur konnten die Ergebnisse von [3-6] bestätigt werden und dahingehend präzisiert werden, daß wachsende Substrattemperatur zu immer ausgeprägterem Inselbildung führt: Das gleiche Verhalten ließ sich auch durch reduzierte Aufdampfrate erreichen. Beide Ergebnisse ließen sich in Zusammenhang bringen mit der modernen Keimbildungstheorie von MARKOV [2], welcher zeigte, daß der Übergang vom flächenhaften zum inselhaften Wachstum von der Übersättigung des Dampfstrahls bestimmt wird, welche man eben wahlweise durch höhere Temperatur oder kleinere Aufdampfrate erniedrigen kann. Dies konnte experimentell bestätigt werden. Für den Übergang von flächenhaftem zu inselhaftem Wachstum wurde eine kritische Übersättigung von

$$\Delta\mu_{Cr} = 3.9 \cdot 10^{-12} \text{ erg}$$

ermittelt.

Beim Studium mit AES an kohärenten Fe-Schichten wurden die Informationstiefen der 47 eV-Fe-Augerelektronen und der 60 eV-Cu-Augerelektronen im Fe bestimmt zu

$$d_O^{Fe} = (6.9 \pm 1.1) \text{ \AA}$$

$$d_O^{Cu} = (6.9 \pm 1.0) \text{ \AA},$$

ermittelt nach einer Theorie von GALLON [7]. Damit wurde ein Ergebnis von RIDGWAY und HANEMANN [9], welche ohne Strukturprüfung für Fe auf Si  $d_O^{Fe} = \text{"drei Atomlagen"}$  angaben, bestätigt und präzisiert.

# Inhaltsverzeichnis

|                                                                                             | Seite |
|---------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 1. Einleitung. . . . .                                                                      | 1     |
| 2. Theoretischer Hintergrund . . . . .                                                      | 3     |
| 2.1. Epitaxie und Pseudomorphie . . . . .                                                   | 3     |
| 2.2. Flächenwachstum und Inselwachstum. . . . .                                             | 4     |
| 2.3. Zur Interpretation der Augerelektronenausbeute . .                                     | 8     |
| 2.3.1. Der Augereffekt (und Augerelektronen-<br>spektroskopie). . . . .                     | 8     |
| 2.3.2. Die inelastische freie Weglänge von<br>Augerelektronen . . . . .                     | 9     |
| 2.3.3. Die Augerintensität in Abhängigkeit von<br>der aufgedampften Materialmenge . . . . . | 9     |
| 3. Experimentelle Methode. . . . .                                                          | 12    |
| 3.1. LEED-Optik . . . . .                                                                   | 12    |
| 3.1.1. LEED-Mode . . . . .                                                                  | 13    |
| 3.1.2. AES-Mode. . . . .                                                                    | 14    |
| 3.1.2.1. Auflösung kleiner Auger-<br>intensitäten . . . . .                                 | 16    |
| 3.1.2.2. Laterales Auflösungsvermögen . . .                                                 | 16    |
| 3.2. Objektträger zur Präparation großflächiger<br>Epitaxieschichten. . . . .               | 19    |
| 3.2.1. Präparation . . . . .                                                                | 19    |
| 3.2.2. Anforderungen an den Objektträger . . . . .                                          | 19    |
| 3.2.2.1. Glimmerhalterung . . . . .                                                         | 20    |
| 3.2.2.2. Objektheizung. . . . .                                                             | 21    |
| 3.2.2.3. Temperaturmessung. . . . .                                                         | 22    |
| 3.2.2.4. Kontaktierung. . . . .                                                             | 22    |
| 3.2.2.5. Elektrische Trennung des Objekt-<br>trägers vom Universalmanipulator .             | 24    |

|                                                                                | Seite |
|--------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 3.3. Präparationstechnik. . . . .                                              | 24    |
| 3.3.1. Verdampfungsquellen . . . . .                                           | 24    |
| 3.3.2. Ofenflansch . . . . .                                                   | 27    |
| 3.3.3. Blendensysteme. . . . .                                                 | 28    |
| 3.3.3.1. Halbschattenmethode<br>(Keilschichten). . . . .                       | 28    |
| 3.3.3.2. Treppenschichten . . . . .                                            | 29    |
| 3.3.4. Schichtdickenbestimmung . . . . .                                       | 30    |
| 3.3.4.1. Die Quarzwaage . . . . .                                              | 31    |
| 3.3.4.2. Vergleichsglas (Röntgen-<br>fluoreszenz) . . . . .                    | 36    |
| 3.3.4.3. Vergleichsglas (Magnetisierungs-<br>messung) . . . . .                | 38    |
| 4. Experimentelle Ergebnisse . . . . .                                         | 39    |
| 4.1. Strukturuntersuchungen . . . . .                                          | 39    |
| 4.2. AES-Analyse. . . . .                                                      | 45    |
| 4.2.1. Überblick über die Meßergebnisse der<br>AES-Analyse . . . . .           | 49    |
| 4.2.2. Treppenschichten mit flächenhaftem<br>Wachstum. . . . .                 | 49    |
| 4.2.3. Treppenschichten mit inselhaftem<br>Wachstum. . . . .                   | 52    |
| 4.2.3.1. Auswertung der AP mit einem<br>Modell . . . . .                       | 52    |
| 4.2.3.2. Übergang zwischen inselhaftem und<br>flächenhaftem Wachstum . . . . . | 57    |
| 4.2.3.3. Keilschichten. . . . .                                                | 59    |
| 5. Diskussion: AES-Ergebnisse aus der Sicht der<br>Markov-Theorie. . . . .     | 62    |
| Literatur. . . . .                                                             | 65    |
| Anhang . . . . .                                                               | 67    |

## 1. Einleitung

Die Untersuchung dünner Schichten ist für das Verständnis von Eigenschaften von Grenzflächen bedeutungsvoll, da dünne Schichten eine, verglichen mit dem Volumen, große Oberfläche aufweisen. Ein Beispiel hierfür sind die Vorgänge, die beim gesetzmäßig orientiertem Aufwachsen kristalliner Stoffe, Epitaxie genannt, zu beobachten sind. Flächenhafte ebene einkristalline Schichten aus 3d-Metallen sind für magnetische Untersuchungen von Interesse: Sie lassen sich an Modellstrukturen aus Festkörpertheorien anpassen; diese Untersuchungen sollen jedoch nicht in dieser Arbeit behandelt werden.

Vielmehr soll diese Arbeit einen Beitrag zu der Frage liefern, welche Bedingungen für das Wachstum flächenhafter oder inselhafter Schichten bestimmend und wie sie mit Hilfe bekannter Theorien [1,2] zu verstehen sind.

Für das hier untersuchte System, Eisen auf Kupfer, liegen Experimente an Aufdampf- [3-5] und elektrolytisch präparierten [6] Schichten vor. Die im Vakuum zwischen  $10^{-5}$  Torr [3] und  $< 10^{-7}$  Torr [4,5] präparierten Eischichten zeigen bei  $400^{\circ}\text{C}$  Substrattemperatur übereinstimmend in den ersten Lagen (bis zu  $80 \text{ \AA}$  Dicke [3]) die kubisch flächenzentrierte  $\gamma$ -Modifikation des Eisens, die im massiven Material erst oberhalb von  $916^{\circ}\text{C}$  stabil ist. JESSER und MATTHEWS [4] sowie WRIGHT [6] fanden noch bei Zimmertemperatur diese  $\gamma$ -Phase bei ihren Präparationen von Fe auf Cu; Angaben über die Dicken dieser  $\gamma$ -Fe-Schichten schwanken zwischen  $20 \text{ \AA}$  [4] und  $30 \text{ \AA}$  [6].

Die Frage nach der Pseudomorphie, d.h. der Angleichung der Atomabstände des  $\gamma$ -Fe an das Cu wird nicht einheitlich beantwortet. Während KORITKE [3] eine Pseudomorphie für "unwahrscheinlich" hält, sehen JESSER und MATTHEWS [4,5] sie für nachgewiesen an. Neben der Frage der Pseudomorphie haben JESSER und MATTHEWS auch die Wachstumsformen des  $\gamma$ - sowie des darauf wachsenden  $\alpha$ -Eisens bei Zimmertemperatur und  $400^{\circ}\text{C}$  untersucht und festgestellt, daß es bei Zimmertemperatur nahezu in parallelen, geschlossenen Monolagen [4], auf heißem Cu von Beginn an in Form von Inseln [5] aufwächst.

Aus diesen Untersuchungen ergeben sich die Fragestellungen, die in dieser Arbeit behandelt werden sollen, nämlich Wachstumsart (Flächen- oder Inselschichten) und Kristallstruktur ( $\alpha$ - oder  $\gamma$ -Eisen) von dünnen Eisenfilmen auf einer einkristallinen Cu-Unterlage einerseits ausführlich in Abhängigkeit von der Substrattemperatur, andererseits darüber hinaus noch in Abhängigkeit von der Aufdampftrate zu untersuchen; beide Größen stehen mit der sogenannten Übersättigung in Zusammenhang. Diese Untersuchungen sollen mit Hilfe der modernen Methoden der Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES) und der Beugung langsamer Elektronen (LEED) durchgeführt werden.

Im Teil 2 wird über den theoretischen Hintergrund und über die vorliegenden Arbeiten berichtet, außerdem über eine Theorie [7,8] zur Interpretation der Augerelektronenausbeute in Abhängigkeit von der Materialmenge. Diese wird für die Wachstumsanalyse erweitert.

Im Teil 3 wird der experimentelle Aufbau beschrieben: Dazu gehören die Einrichtungen zur Präparation großflächiger Epitaxialschichten sowie die LEED-AES-Apparatur.

Im Teil 4 werden die damit gewonnenen Meßergebnisse zusammengestellt und ausgewertet und teilweise mit bekannten Messungen verglichen.

Teil 5 beschäftigt sich mit der Diskussion des mikrokristallinen Gefüges. Hier werden die in Teil 2 erwähnten Theorien den in Teil 4 beschriebenen experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt. Auszüge dieses Teils wurden auf einer Tagung in Budapest vorgetragen und unter [35] veröffentlicht.

## 2. Theoretischer Hintergrund

### 2.1. Epitaxie und Pseudomorphie

Dampft man Substanzen auf eine monokristalline Unterlage, so treten sie bei der Kondensation mit ihr in Wechselwirkung; kommt es dabei zu einem gesetzmäßig orientiertem Aufwachsen, so spricht man von Epitaxie. Neben einem Einfluß auf die Orientierung kann die Wechselwirkung verbunden sein mit einem Einfluß auf die Gitterstruktur, wobei sich möglicherweise eine Angleichung der Gitterkonstanten oder sogar eine strukturelle Änderung zeigen kann; man spricht in beiden Fällen von Pseudomorphie. So kann Pseudomorphie entweder die homogene Verzerrung bezeichnen, die z.B. auftritt, wenn die beiden Partner die gleiche Struktur haben oder auch das Auftreten einer vom Substrat aufgeprägten Gitterstruktur des Kondensats, wenn sich die Gitterstrukturen der Massivmaterialien unterscheiden, wie dies beim Beispiel Fe auf Cu der Fall ist. Paßt sich das Kondensat beim Aufwachsen bei gleicher Struktur in seinen Atomabständen vollständig der Unterlage an, so spricht man von vollständiger Pseudomorphie.

Dicke epitaktische Schichten weisen die für das massive Material typische Gitterstruktur bzw. Gitterkonstante auf, da die Wechselwirkung mit dem Substrat über die Grenzfläche mit zunehmender Schichtdicke an Einfluß verliert. In einem vom System bedingten Dickenbereich findet man dann einen Übergang von der Anfangs- zur Massivstruktur (bzw. -Gitterkonstante). Die Schichtdicke, bei welcher der Übergang beginnt, hängt sowohl von der Substrattemperatur wie auch im zweiten Fall von dem Grad der Abweichung ab, die zwischen den Gitterkonstanten von Substrat- und Kondensatmaterial unter normalen Bedingungen besteht. Es ist üblich, diese Abweichung als relative Abweichung, also als Quotient aus der Gitterkonstantendifferenz und der Konstanten des Substrats [10] einzuführen: Man bezeichnet diesen relativen Gitterkonstantenunterschied als Fehlpaß.

Wir haben uns mit dem System Fe auf Cu(111) beschäftigt. Die Gitterkonstante des Substrats ist  $a_{\text{Cu}} = 3.615 \text{ \AA}$  [11], das des massiven  $\alpha\text{-Fe}$   $2.866 \text{ \AA}$  [11]. Für das massive  $\gamma\text{-Fe}$ , das im Bereich von  $916^\circ\text{C}$  bis  $1388^\circ\text{C}$  stabil ist, hat NEWKIRK [12] bei Ausscheidungen in einer Cu-Matrix Werte für tiefere Temperaturen ermittelt; aus seiner Arbeit entnimmt man einen Wert für Zimmertemperatur von  $a_{\gamma\text{-Fe}} = 3.590 \text{ \AA}$ . Für den Fehlpaß von  $\gamma\text{-Fe}$  auf Cu erhält man so  $-0.7\%$  <sup>1)</sup>.

Für die Untersuchung an diesem System kann man die folgenden Fragen stellen:

- Läßt sich die Existenz einer kubisch-flächenzentrierten Eisenphase in den ersten Lagen bestätigen ?
- Wenn ja, bei welcher Schichtdicke geht sie in die raumzentrierte über und wie hängt der Übergangsbereich von der Substrattemperatur ab ?
- Ist die Gitteranpassung vollständig, d.h., kann man für das  $\gamma\text{-Fe}$  vollständige Pseudomorphie nachweisen ?
- Wie ist das  $\alpha\text{-Eisen}$  zum Cu(111) orientiert ?

## 2.2. Flächenwachstum und Inselwachstum

Epitaktische Schichten können in verschiedener Weise aufwachsen: Einmal schließt sich jeweils eine begonnene Schicht zunächst vollständig, bevor bei weiterer Substanzzufuhr die nächste Schicht zu entstehen beginnt. Man spricht von Schicht-für-Schicht-, Lagen- oder kohärentem Wachstum. Solche Schichten werden auch als epitaktische Flächenschichten bezeichnet. Im Gegensatz dazu kann das Material auch in Form von Inseln aufwachsen, wobei sich von Anfang an dreidimensionale Keime bilden, die erst bei großen Materialmengen zu kohärenten Schichten zusammenwachsen: Inselwachstum.

---

1) Nach JESSER und MATTHEWS [5] ist  $a_{\text{Cu}} = 3.615 \text{ \AA}$  (bei  $20^\circ\text{C}$ ) und nach KORITKE [3]  $a_{\text{Cu}} = 3.6402 \text{ \AA}$  (bei  $400^\circ\text{C}$ ); als Fehlpaße geben die Autoren  $-1.2\%$  [5] bzw.  $-0.95\%$  [3] an. NEWKIRK [12] gibt ebenfalls einen Wert  $a_{\text{Cu}} = 3.615 \text{ \AA}$  an, nach [13].

Aus thermodynamischen Überlegungen fand BAUER [1], daß sich diese Vorgänge mit Hilfe der Oberflächen- bzw. Grenzflächenenergien beschreiben lassen; genauer müßte man von den freien Enthalpien der Oberflächen und der Grenzflächen reden. Bezeichnet man die Oberflächenenergien von Substrat und Kondensat mit  $\sigma_s$  bzw.  $\sigma_K$  und die der Grenzfläche mit  $\sigma_G$ , so lassen sich die von BAUER gefundenen Bedingungen wie folgt schreiben:

1) Gilt die Beziehung

$$\sigma_s > \sigma_K + \sigma_G , \quad (1)$$

so wird die kondensierende Substanz Schicht für Schicht aufwachsen: Man spricht von einem FRANK-van-der-MERWE-Mechanismus.

2) Gilt

$$\sigma_s < \sigma_K + \sigma_G , \quad (2)$$

wird man Inseln des Deposits auf der Unterlage finden (VOLMER-WEBER-Mechanismus).

3) Für den Fall

$$\sigma_s = \sigma_K + \sigma_G \quad (3)$$

können sich auf wenigen Monolagen eines kohärent gewachsenen Kondensats Inseln bilden, die dann die vorherrschende Wachstumsform bilden: Dann spricht man von einem STRANSKI-KRASTANOV-Mechanismus.

Die beschriebene Überlegung ließ die Hoffnung zu, auf einfache Weise den Wachstumsmechanismus von der Vorgabe des Systems her voraussagen zu können. JESSER und MATTHEWS [4,5] fanden im Widerspruch dazu für Fe auf Cu(100) bei Variation der Temperatur sowohl einen FRANK-van-der-MERWE-Mechanismus (bei  $T_s = 20^\circ\text{C}$ ) als auch einen VOLMER-WEBER-Mechanismus (bei  $T_s = 400^\circ\text{C}$ ). Auch andere experimentelle Ergebnisse zeigen Übergänge vom Insel- zum Lagenwachstum, wenn die Substrattemperatur erniedrigt wird [14,15].

Die Theorie von BAUER [1] beschreibt allgemein die Form des kritischen Keims, also die Keimbildung, und die Form des daraus entstehenden Gleichgewichtskristalls gemäß dem Wulffschen Satz, also das Keimwachstum. Dabei gibt es für ein vorgegebenes System von Substrat und Kondensat aufgrund der Energien ein festes Verhältnis von Höhe  $d$  und Breite  $b$  eines kritischen Keims: Geht man zu einem anderen System über, ändert sich auch dieses Verhältnis. BAUER [1] zeigte nun mit seinen Überlegungen, daß  $d/b$  des kritischen Keims verschwindet, wenn man zu Systemen übergeht, bei denen  $\sigma_S \rightarrow \sigma_K + \sigma_G$  geht: dann geht  $d \rightarrow 0$  und  $b \rightarrow \infty$ .

MARKOV [2] diskutierte im Zusammenhang mit der Keimbildung, die Größe des kritischen Keims in Abhängigkeit von der Übersättigung bei einem festen System, also bei konstantem Verhältnis  $d/b$ . Er zeigte, daß man die BAUERschen Bedingungen unter Berücksichtigung der Übersättigung erweitern muß. Hierbei ist die Übersättigung  $\Delta\mu$  definiert als

$$\Delta\mu = k_B T_S \ln S. \quad (4)$$

Dabei ist  $k_B$  die Boltzmannkonstante,  $T_S$  die Substrattemperatur und  $S = p_A/p_S(T_S)$ , das Verhältnis des Dampfdruckes  $p_A$  des kondensierten Dampfes und seines Sättigungsdampfdruckes bei Substrattemperatur ( $p_S(T_S)$ ). Die Übersättigung geht in der Theorie als  $\Delta\mu/2\delta^2$  ein, wobei  $2\delta^2$  die doppelte Fläche der Elementarzelle des Kondensats in der Kontaktebene ist.

Bei festem Verhältnis  $d/b$  eines kritischen Keims kann man durch Variation der Übersättigung  $d$  gegen eine Atomlage gehen lassen, wenn  $\sigma_S \rightarrow \sigma_K + \sigma_G - \Delta\mu/2\delta^2$  geht. Analog zu Gleichungen (1) bis (3) erhält MARKOV als Kriterium, ob der kritische Keim ein- oder mehrlagig ist

$$\sigma_S \leq \sigma_K + \sigma_G - \Delta\mu/2\delta^2. \quad (5)$$

Für den Fall, daß das Gleichheitszeichen in der Ungleichung gilt, ergibt sich eine kritische Übersättigung:

$$\Delta\mu_{Cr} := 2\delta^2 \cdot \Delta\sigma, \quad (6)$$

wobei  $\Delta\sigma$  die Differenz der Oberflächenenergien darstellt; sie ist definiert als

$$\Delta\sigma := \sigma_K + \sigma_G - \sigma_S. \quad (7)$$

Man sieht, daß nur für den Fall  $\Delta\sigma > 0$  die Übersättigung das Vorzeichen der Ungleichung ändern kann. Für diesen Fall kann man sagen: Man findet

- Inselwachstum für  $\Delta\mu < \Delta\mu_{Cr}$  und
- Lagenwachstum für  $\Delta\mu > \Delta\mu_{Cr}$ .

"Lagenwachstum" bedeutet hier, daß kritische Keime aus nur einer Atomlage Dicke entstehen.

Die Ermittlung von  $\Delta\mu_{Cr}$  erlaubt bei bekannten Werten für die Oberflächenenergien den Wert für die Grenzflächenenergie zu berechnen.

Für das System Fe auf Cu kann man mit Werten von JESSER und MATTHEWS [4,5] die Ungleichung aufstellen: Sie geben an für  $\sigma_S = 1370 \text{ erg/cm}^2$ ,  $\sigma_K = 2170 \text{ erg/cm}^2$  und  $\sigma_G = 600 \text{ erg/cm}^2$  <sup>1)</sup>: Dann gilt Gleichung (2).

Das bedeutet aufgrund der BAUER-Theorie, daß Inselwachstum zu erwarten ist. Nach der von MARKOV erweiterten Theorie ist jedoch bei tiefen Temperaturen und/oder hohen Aufdampfraten auch Lagenwachstum möglich; denn  $\Delta\sigma$  ist positiv.

Eines der Ziele der vorgelegten Arbeit ist es, den Übergang von inselhaftem zu flächenhaftem Wachstum nicht nur in Abhängigkeit von der Substrattemperatur, sondern auch von der Aufdampftrate zu untersuchen. Leitfaden dabei ist die Theorie von MARKOV [2]:

Dazu sollen

- der kritische Wert der Übersättigung für das vorliegende System ermittelt und
- damit die Grenzflächenenergie berechnet werden.

<sup>1)</sup> Vergl. Gl.(2), wobei die Oberflächenenergien aus Messungen am Schmelzpunkt [16,17] und die Grenzflächenenergie aus Berechnung nach SWALIN [18] stammen.

## 2.3. Zur Interpretation der Augerelektronenausbeute

### 2.3.1. Augerprozeß und Augerelektronenspektroskopie

Wird ein Atom z.B. durch einen Elektronenstrahl in seiner tieferen Hülle, etwa in seiner K-Schale, ionisiert, so ist dieser Zustand (s. Bild 1(a)) eine Voraussetzung für zwei verschiedene Prozesse:

1. Ein weiteres Elektron der Hülle, z.B. ein L-Elektron, füllt die Lücke in der K-Schale. Die Übergangsenergie wird als Strahlungsquant  $h \cdot \nu$  abgegeben (charakteristische Röntgenstrahlung) (s. Bild 1(b)).

2. Die beim Übergang des 2. Elektrons, das die Lücke in der K-Schale füllt, freiwerdende Energie  $W_{KL_1}$  wird zur Ionisation ( $W_{\text{Ion}}$ ) eines 3. Elektrons, des sogenannten Auger-Elektrons, eingesetzt, das dann mit der kinetischen Energie

$W_{\text{kin}} = W_{KL_1} - W_{\text{Ion}}$  das Atom verläßt (strahlungsloser Übergang; Auger-Prozeß) (s. Bild 1(c)).

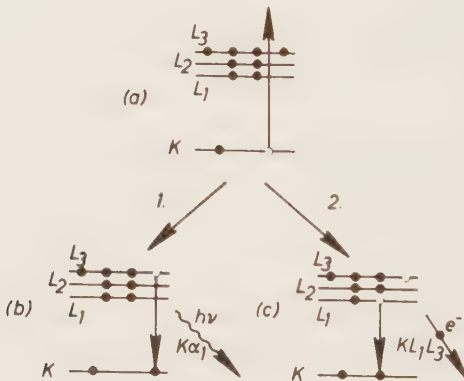


Bild 1 : Zur Beschreibung der charakteristischen Röntgenstrahlung ((a)+(b)) und des Auger-Prozesses ((a)+(c)). Erklärung siehe Text.

Die Energie der emittierten Auger-Elektronen ist also für das Atom eines Elementes charakteristisch. Streut man Elektronen an Atomen verschiedenen Materials, so findet man neben den elastisch gestreuten Primärelektronen auch Augerelektronen mit den charakteristischen Energien der betroffenen Elemente: Man kann also eine chemische Analyse der vorhandenen Elemente betreiben, indem man das Energiespektrum der rückgestreuten Elektronen analysiert.

### 2.3.2. Die inelastische freie Weglänge von Augerelektronen

Die geeignet normierte Zahl der Elektronen, die als Folge eines Augerprozesses mit der für das Element charakteristischen Augerenergie registriert werden, nennt man die Augerintensität. Zur Augerintensität tragen nur Elektronen bei, die nach dem Augerprozeß keine inelastischen Stöße erlitten haben. Darum bestimmt die inelastische freie Weglänge der Augerelektronen die Tiefe in einem Festkörper, bis zu der die Atome mit den Augerelektronen zum Signal beitragen. Als Größenordnung gibt BAUER [19] je nach Energie 2 bis 13 Atomlagen an.

### 2.3.3. Die Augerintensität in Abhängigkeit von der aufgedampften Materialmenge

Für den Fall einer flächenhaft aufwachsenden Schicht (Kondensat) auf einer Unterlage anderen Materials (Substrat), beschreibe die Schichtdicke des Kondensats.

Überlegungen von GALLON [7,8] zeigen nun, daß man experimentell gefundene Intensitätsabhängigkeiten von aufgedampften Materialien (s. z.B. [20]) im Falle eines Lagenwachstums u.a. immer durch eine Exponentialfunktion annähern kann, wie man sie durch eine Kontinuumsvorstellung bekommt. Damit bekommt man einen Wert für  $d_0$ . Für das so ermittelte  $d_0$  machen SEAH [21] und GRANT und HAAS [22] noch weitergehende Überlegungen über den Zusammenhang zwischen  $d_0$  und der inelastischen freien Weglänge, die im Zusammenhang dieser Arbeit nicht von Bedeutung sind. Hier genügt der von SEAH nach GALLON [21] dargestellte Zusammenhang für das Lagenwachstum:

$$I^K(d) = I_{\max}^K (1 - \exp(-d/d_O^K)) \quad (10)$$

und

$$I^S(d) = I_O^S \exp(-d/d_O^S) \quad (11)$$

wobei die Indices K und S Kondensat resp. Substrat bedeuten.  $d_O^K$  und  $d_O^S$  sind die Informationstiefen im Kondensat für Kondensat- resp. Substrataugerelektronen, die nicht notwendig gleich groß sein müssen.  $I_{\max}^K$  und  $I_O^S$  sind die Intensitäten des massiven Kondensats bzw. des unbedeckten Substrats.

Experimentell ermittelten RIDGWAY und HANEMANN [9] nach dieser Theorie einen Wert für  $d_O^K$  von "drei Atomlagen" Fe auf Si, wobei erstens nicht sichergestellt wurde, ob die Bedingung des Lagenwachstums erfüllt war, und zweitens die Dicke einer Lage nicht angegeben wurde. Es ist mit eine Aufgabe dieser Arbeit, einen genauen Wert für  $d_O^K$  unter der gesicherten Bedingung des Lagenwachstums zu bestimmen.

Für den Fall des Inselwachstums, kann man Abweichungen von (10) und (11) erwarten. Dabei wird wegen der starken lokalen Anhäufung von Kondensatsubstanz die Informationsdicke in den Inseln rasch überschritten: Die Inseln verhalten sich dann wie massives Material.

Ein sehr rohes Modell soll hier weiterhelfen: Eine Schicht der mittleren Dicke  $d$  besteht aus Kristalliten, welche den Anteil  $p$  der Oberfläche bedecken. Ist die lokale Dicke  $d_{loc}$  in allen Kristalliten gleich und homogen (s. Bild 2), so ist  $d_{loc} = d/p$ . Damit kann man die Gleichungen (10) und (11) modifizieren:

$$I^K/I_{\max}^K = p[1 - \exp\{-d/(p \cdot d_O^K)\}] \quad (12)$$

und

$$I^S/I_O^S = p \exp\{-d/(p \cdot d_O^S)\} + (1-p) \quad (13)$$

Damit ist noch nicht über die Abhängigkeit  $p(d)$  gesagt. Wir werden später unsere Messungen durch den sehr einfachen Ansatz

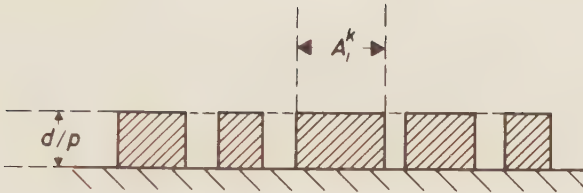


Bild 2 : Rohes Modell für den Fall der Inselbildung.  $A_i^K$  = die durch den i-ten Kristallit bedeckte Fläche des Substrats. Ist N die Zahl aller Inseln und  $A_{ges}^S$  die Gesamtfläche des Substrats, so gilt

$$\sum_{i=1}^N (A_i^K / A_{ges}^S) =: p .$$

$$p(d) = p_0 + (1-p_0) d/d_K \quad (14)$$

anpassen können.

### 3. Experimentelle Methode

#### 3.1. LEED-Optik

Für die experimentellen Untersuchungen stand eine kommerzielle UHV-Apparatur -nominaler Enddruck  $5 \cdot 10^{-11}$  Torr- mit Vier-Gitter-LEED-Optik und zugehöriger Elektronik zur Verfügung, die auch einen Betrieb als "Retard Potential Energy Analyser" (RPEA) für AES ermöglichte<sup>1)</sup>. Die Analysenanordnung besitzt eine zentrale Elektronenkanone (s. Bild 3) und eine seitliche, die unter  $15^\circ$  tangential zur Objektoberfläche gerichtet ist (Seitenkanone für streifenden Einfall zur Erhöhung der Augerintensitäten).

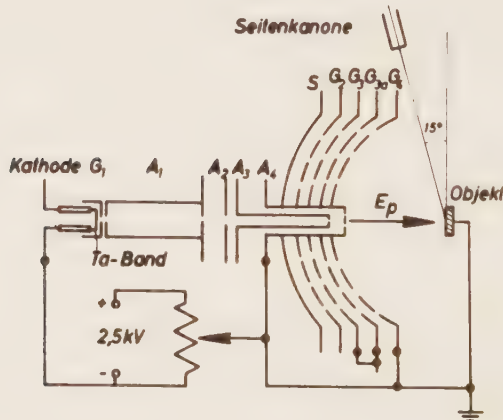


Bild 3 : Analysenanordnung. Die Schaltung von Objekt,  $G_4$  und  $A_4$  mit der Ta-Band-Kathode zeigt, wie die Primärenergie  $E_p = eU_4$  festgelegt wird (s. Text).

Im Betrieb erzeugt die zentrale Kanone mit einem Tantalband als Kathode und der Anode  $A_1$  einen gerichteten Elektronenstrahl. Die Stromstärke wird durch den Wehnelt-Zylinder ( $G_1$ ) bestimmt

<sup>1)</sup> Sie wurde aus Mitteln der DFG bei der Firma Vacuum Generators Ltd (VG) gekauft.

und kann durch ihn entweder von Hand oder mit einem "Stabilized Emission Module"<sup>1)</sup> geregelt werden. Über eine Fokussierungsanode ( $A_2$ ) werden die Elektronen durch eine zylindrische Anode  $A_3$  auf nahezu Endenergie  $E_p$  beschleunigt. Diese wird durch die Zylinderanode  $A_4$  erreicht, die selbst auf Erdpotential gehalten wird (s. Bild 3). Die Primärenergie  $E_p = eU_p$  wird durch Anheben der Kathode auf  $-U_p$  bestimmt; die Anode  $A_4$  stellt den Erdpunkt dar.

Die sogenannte Seitenkanone besitzt im Gegensatz zur zentralen Kanone nur drei Anoden, wobei  $A_1$  und  $A_3$  intern verbunden sind und die Endenergie der Elektronen festlegen<sup>2)</sup>. Dafür kann der  $A_3$  verlassende Elektronenstrahl durch Ablenkung in zwei nacheinander, senkrecht zueinander stehenden elektrischen Feldern gerichtet werden. Inbetriebnahme und Schaltung der Kanone ist dem Manual zu entnehmen [23].

Beide Kanonen arbeiten mit einem Kathodenstrom von 3.5-4.0 A und Wehnelt-Spannungen von 0...-100V. Bei der Beschleunigungsspannung  $U(A_1) = 1$  kV erreicht die Zentralkanone einen maximalen Emissionsstrom von ca. 500 $\mu$ A, die Seitenkanone von ca. 400 $\mu$ A bei  $U(A_4) = 2.5$  kV.

### 3.1.1. LEED-Mode

Für den LEED-Gebrauch wird ein Elektronenstrahl von der Zentralkanone so auf das Objekt fokussiert, daß er in etwa doppelter Entfernung auf dem LEED-Schirm (S) scharf abgebildet wird. Die elastisch rückgestreuten Elektronen, durch das Gittersystem ausgefiltert, werden durch eine Hochspannung von 3...5.5 kV auf den Schirm nachbeschleunigt. Außer der Aktivierung der Elektronenkanone ist nur noch die Inbetriebnahme eines programmierten Hochspannungsteils erforderlich.

---

1) Der nachträglich eingebaute Einschub war erst gegen Ende der Präparationsperiode, ab etwa September 1974 funktionsfähig.

2) Hierzu ist dringend anempfohlen, das Manual [23] für die Inbetriebnahme zu beachten (Rev. No. 01.723).

### 3.1.2. AES-Mode

Wie eingangs erwähnt, ist das Auslösen von Augerspektren durch zwei

Kanonen (aus zwei Richtungen) möglich: Der Betrieb wird an der zentralen beschrieben; auf die Seitenkanone kann durch ein Zusatzkabel einfach umgeschaltet werden (s. [23]). Die elektronische Verschaltung ist dem Blockschaltbild (Bild 4) zu entnehmen:

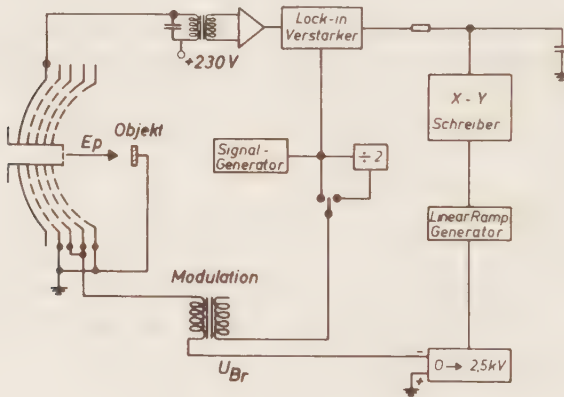


Bild 4 : Schaltung der 4-Gitter-LEED-Optik im AES-Mode  
(Besprechung siehe Text).

Das vom Objekt abgegebene Elektronenspektrum wird von der relativ großen Öffnung der LEED-Optik aufgenommen, deren erstes und letztes Gitter ( $G_4$  bzw.  $G_2$ ) auf Erdpotential gehalten werden. Da auf dem Doppelgitter  $G_{3/3a}$  ein negatives Potential  $U_{Br}$  zwischen 0 und 2.5 kV liegt, werden nur die Elektronen zum Kollektor S durchgelassen, deren kinetische Energie größer als  $eU_{Br}$  ist. Durch einen "Linear Ramp Generator" gesteuert durchläuft  $U_{Br}$  in einer vorgegebenen Zeit ein vorgegebenes Spannungsintervall <sup>1)</sup>. Die jeweilige "Ramp"-Spannung steuert außerdem auch die x-Anzeige eines Schreibers: Die x-Achse dieses Schreibers wird also zur Energie-Achse.

<sup>1)</sup> Aus technischen Gründen ist der Endwert in der Regel kleiner als der Anfangswert.

Für den Kollektor ist die Zahl der Elektronen, die in der Zeiteinheit durch  $G_3/3a$  durchgelassen werden, ein Strom  $I(U_{Br})$  für jede feste Spannung  $U_{Br}$ . Beim Durchlaufen eines Spannungshubes von  $U_{Br} = 0$  V bis  $E_p/e$ , der Spannung zwischen  $A_4$  und Kathode, nimmt  $I(U_{Br})$  monoton fallende Werte zwischen einem Maximalwert und 0 A an (s. Bild 5). Die Energieverteilung  $N(U)$  der Elektronen gewinnt man dann als Ableitung

$$\left. \frac{dI(U_{Br})}{dU_{Br}} \right|_{U_{Br}=U_0} =: N(U_0).$$

Der RPEA stellt für die Energieverteilung der vom Objekt kommenden Elektronen einen Hochpaß dar. Um von diesem zu einem Bandpaß zu gelangen, muß man den Strom elektronisch nach  $dU_{Br}$  (durch eine Modulationsspannung der Amplitude  $A$ ) differenzieren (s. Bild 5): Die zur Potentialschwankung  $2A$  gehörige Stromschwankung gleicher Frequenz ist proportional zu  $N(U_0)$ , wenn der Gleichspannungsanteil an der Stelle  $U_{Br} = U_0$  liegt. Die Größe  $\Delta I$

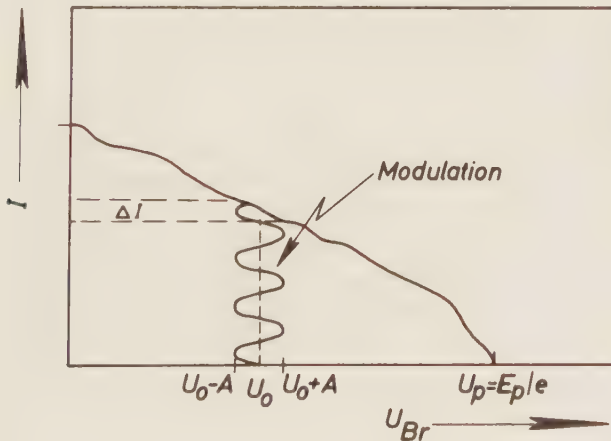


Bild 5 : Zur elektronischen Differentiation  $dI/dU_{Br}$ . Der Bremspannung  $U_0$  ist eine Modulationsspannung der Amplitude  $\pm A$  überlagert. Dem entspricht eine Stromschwankung von  $\Delta I$  mit gleicher Frequenz.

wird dem jeweiligen Kollektorstrom  $I(U_{Br})$  durch einen frequenz- und phasenempfindlichen Lock-in-Verstärker entnommen, der die Referenzfrequenz vom Signalgenerator selbst bekommt. Das so gewonnene Signal kann auf die y-Ablenkung des Schreibers gegeben werden: man schreibt die Energieverteilung  $N(U_{Br})$  der vom Objekt zurückgestreuten Elektronen.

Zu der in der AES-Technik gern benutzten 2. Ableitung des Stromes, also

$$\left. \frac{dN(U_{Br})}{dU_{Br}} \right|_{U_{Br}=U_0},$$

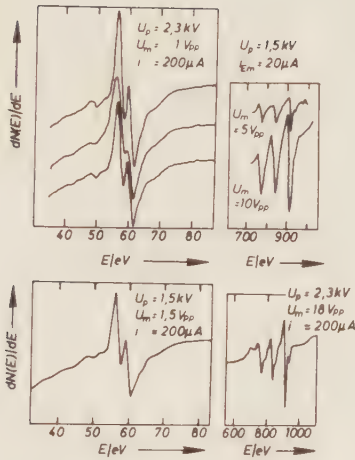
gelangt man mit dieser Einrichtung, indem man die Modulationsfrequenz halbiert und die Stromschwankung im Lock-in mit der ursprünglichen Frequenz und um  $90^\circ$  gedrehter Phase abfragt. Zur Begründung mag hier der Hinweis genügen, die Funktion  $I(U_{Br})$  an der Stelle  $U_{Br} = U_0$  in eine Taylorreihe zu entwickeln und das dritte Glied in seiner Frequenzabhängigkeit zu betrachten.

### 3.1.2.1. Auflösung kleiner Augerintensitäten

Das Signalrauschverhältnis begrenzt die Auflösung kleiner Augerintensitäten: Oft erlaubt mehrfaches Durchfahren des entsprechenden Energiebereiches mehr oder weniger eindeutig einen kleinen Auger-Peak als solchen im Rauschen zu erkennen. Als charakteristisches Beispiel sind in Bild 6 unsere Spektroskopieergebnisse denen von JENKINS und CHUNG [24] gegenübergestellt. Unsere Spektren wurden unter den gleichen Bedingungen hergestellt. Es läßt sich die Vielfalt der Peaks, die die beiden genannten Autoren mit einer Standard-Ausführung einer Viergitter-Leed-Optik (Varian) sichtbar gemacht haben, im wesentlichen auch in unserem Augerspektrum wiederfinden. Bei Lagenwachstum war die Masseneempfindlichkeit ca.  $0.05 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  Fe, was etwa einer viertel Atomlage Fe entspricht.

### 3.1.2.2. Laterales Auflösungsvermögen

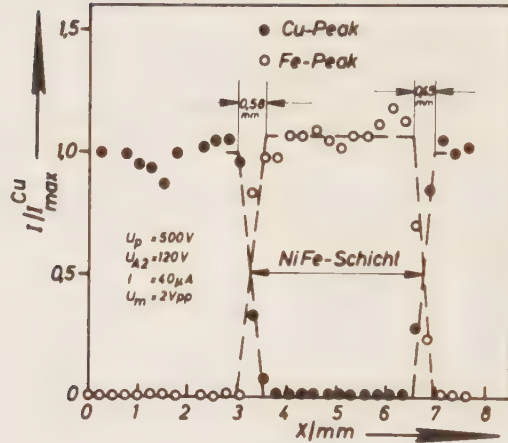
Um das wegen der Strahlbreite begrenzte laterale Auflösungsvermögen der Zentralkanone experimentell zu erfassen, wurde eine scharf begrenzte Nickel-Eisenschicht auf ein Cu-Substrat gedampft. Beim Überfahren der Schwelle NiFe/Cu konnte die Stufe durch AES über



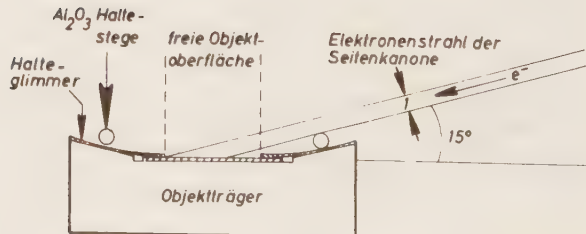
**Bild 6 :** Vergleich zwischen Augerpeaks, aufgenommen mit unserer 4-Gitter-LEED-Optik (oben) und Messungen von JENKINS und CHUNG [24](unten). Die linke Spalte stellt den 60 eV Cu-Peak, die rechte die Hochenergie-LMM-Peaks gegenüber. Als Betriebsdaten sind angegeben  $U_p$  = Primärspannung,  $U_m$  = Modulationsspannung,  $i$  = Emissionsstrom. Alle Peaks wurden mit der Seitenkanone angeregt.

einen Bereich von 0.5 mm erfaßt werden ( $E_p = 500$  eV; s. Bild 7): Der Strahlfokus hatte demnach einen Durchmesser von etwa 0.5 mm; fokussiert wurde hier auf maximale Augerintensität bei  $E_A = 47$  eV. Der Hersteller [23] gibt bei  $E_p = 100...1000$  eV einen Fokussdurchmesser von 0.25 mm an.

Der Fokussdurchmesser der Seitenkanone wird mit  $> 1$  mm angegeben. In der Tat waren die Augerinformationen der Materialverteilung über scharf begrenzte Schichtkanten (Fe auf Cu(111)) derart verschmiert, daß man 2 etwa 1 mm voneinander entfernte Kanten nicht scharf trennen konnte. Auch erschwerte der seitliche Aufbau am Objektträger (s. Bild 8) das eindeutige Lokalisieren des Fokus auf der Objektebene. Zum Aufbau des Objektträgers siehe 3.2.2.1.



**Bild 7** : Laterales Auflösungsvermögen der Zentralkanone an den Kanten einer NiFe-Schicht.  $U_{A2}$  = Fokussierungsspannung.



**Bild 8** : Schnitt durch den Objektträger mit einfallendem Elektronenstrahl der Seitenkanone. Der hier dargestellte Fall ist das Optimum: kleinster Fokussdurchmesser und genau auf der freien Objektoberfläche auftreffender Elektronenstrahl.

### 3.2. Objektträger zur Präparation großflächiger Epitaxieschichten

#### 3.2.1. Präparation

Um unsere dünnen Epitaxie-Schichten im UHV auf einem möglichst sauberen Cu-Substrat präparieren zu können, wurde dieses selbst als atomar ebene Epitaxieschicht auf einem an Luft gespaltenen Glimmer bei 480°C kurz vor der Fe-Präparation hergestellt<sup>1)</sup> und mit LEED auf einwandfreie Orientierung hin untersucht: Dabei finden sich Körner mit (111)-orientierter Oberfläche und einer Größe von ca. 1µm [26].

Die Präparationen von Cu- und Fe-Epitaxiefilmen geschehen nach einer schon früher beschriebenen Arbeitsweise [27] in einer ausheizbaren UHV-Anlage (Hersteller VG) bei Drucken  $p \leq 2 \cdot 10^{-8}$  Torr (Cu auf Glimmer) bzw.  $\leq 2 \cdot 10^{-9}$  Torr (Fe auf Cu) und mit Aufdampfraten bei 1000 Å/min bzw. zwischen 0.01 und 1.5 Å/s. Für die Präparationen Fe auf Cu wurden Substrattemperaturen zwischen Zimmertemperatur und 400°C eingestellt.

#### 3.2.2. Anforderungen an den Objektträger

Die Halterung des Objektglimmers hatte verschiedene Aufgaben zu erfüllen:

- 1) Der Objektglimmer soll auf seiner ganzen Fläche (etwa 9x45 mm<sup>2</sup>) in gutem thermischem Kontakt mit der beheizbaren Unterlage sein. Da der thermische Ausdehnungskoeffizient von Glimmer größer ist als vom Objektträgermaterial (= Unterlage), entstehen beim Erwärmen des Glimmers mechanische Spannungen gegenüber der Unterlage. Trotz guten thermischen Kontakts muß sich also der Glimmer auch noch auf der Objektträgeroberfläche seitlich frei ausdehnen können, ohne sich zu verwerfen.
- 2) Sie soll das Aufheizen des Glimmers bis auf 600°C gestatten.
- 3) Diese Temperatur muß meßbar sein.

---

<sup>1)</sup> Wie aus von uns nicht veröffentlichten Untersuchungen hervorgeht, wurden bei abweichenden Substrattemperaturen und/oder bei in Vakuum gespaltenem Glimmer keine besseren Cu-Epitaxiefilme erhalten. Diese Erfahrungen deckten sich mit einer späteren Veröffentlichung von REICHELT [25].

- 4) Die Halterung soll eine Kontaktierung der frisch gebildeten Cu-Filme erlauben, da sonst bei LEED und AES Aufladungen auftreten; zweckmäßigerweise kontaktiert man die Filme mit dem Objektträger.
- 5) Die Metallfilme sollen auf ein beliebiges elektrisches Potential gegen Erde gebracht werden können.
- 6) Schließlich soll das Objekt drehbar um die Längsachse und in dieser Richtung verschiebbar sein, um das Bedampfen, Betrachten und Analysieren zu ermöglichen.

Die letzte Funktion wurde durch Montage auf einen kommerziellen Universalmanipulator (VG) erreicht, der Rotationen des Objekts um eine Hauptachse, Translationen längs dieser Achse um 45 mm und senkrecht dazu (horizontal und vertikal) um 10 mm erlaubt. Alle Bewegungen sind meßbar und reproduzierbar.

#### 3.2.2.1. Glimmerhalterung

Zunächst wurde versucht, den Objektglimmer in feste Verbindung mit dem Träger zu bringen, indem seine Kontaktfläche an die Unterlage gelötet wurde: als Lot wurde im wesentlichen Indium verwendet. Dieses Verfahren war so unzuverlässig, daß es wieder aufgegeben wurde.

Danach wurde folgendes Andruckverfahren entwickelt:

In Bild 9 sieht man das Objekt ①, das auf beiden Längsseiten im spitzen Winkel mit zwei (Halte-) Glimmerstreifen ② unter Ausnutzung deren Eigenelastizität durch zwei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kapillaren ③ gegen den Trägerkörper ④ gedrückt wird (s. auch Schnitt links im Bild). Auf diese Weise kann sich der Objektglimmer bei Erwärmen unter diesem Andruck frei verschieben ohne Verminderung des thermischen Kontakts; d.h., ohne sich aufwölben zu müssen. Die beiden Halteglimmer wurden vor dem Einschub unter die Kapillaren wie diese mit Kupfer bedampft, um Aufladungen dieses Systems bei der Analyse mit langsamen Elektronen zu verhindern.

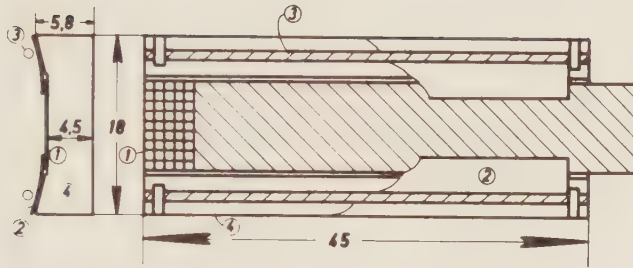


Bild 9 : Glimmerhalterung. Man siehe den Objektträger im Schnitt (links) und in Draufsicht (rechts). ① Objektglimmer mit Au-Vorbedampfung (kariert schraffiert; s.3.2.2.4.) ② mit Cu vorbedampfte Halteglimmer (in Draufsicht links aufgerissen) ③  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kapillaren: mit ihnen werden die Halteglimmer gegen den Objektträger gedrückt; gehalten werden sie durch je zwei V2A-Laschen an den beiden Enden. ④ V2A-Objektträger.

### 3.2.2.2. Objektheizung

Um das Objekt auf die notwendigen Substrattemperaturen bringen zu können, wurden zwei W-Wendeln isoliert durch das Innere des Objektträgerkörpers gelegt (in Längsachse unter das Bett für den Objektglimmer). Diese Heizung konnte mit Wechselstrom gefahren werden und brachte den Objektträger mit ca. 25 W auf  $450^\circ\text{C}$ . Die Abb.10 zeigt die Spannungs-Leistungs-Kennlinie des Objektträgers (a) und seine Leistungstemperaturkurve (b). Der W-Draht wird mit einer Cu-Lüsterklemme an zwei Bündel von je vier versilberten Cu-Drähten ( $\varnothing = 0.6 \text{ mm}$ ) angehängt, die durch  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Perlen isoliert die Verbindung zu den Vakuumstromdurchführungen herstellen.

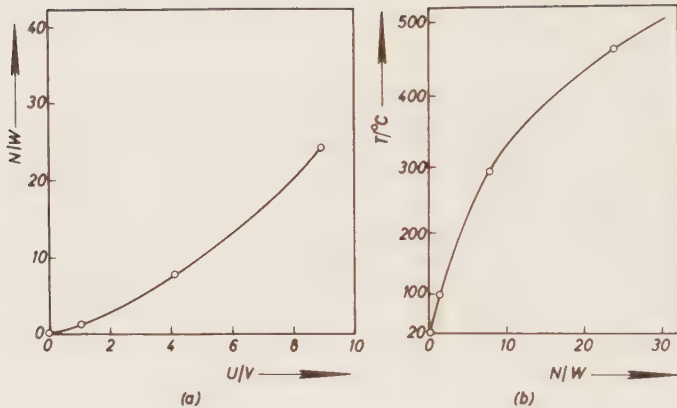


Bild 10 : Zur Objektheizung: Spannungs-Leistungs-Kennlinie (a) und Leistungs-Temperatur-Kurve (b). Gemessen wurde (b) mit einem Pt/PtRh-Thermoelement gegen Zimmertemperatur als Vergleichsstelle.

### 3.2.2.3. Temperaturmessung

Die Temperatur des Glimmers wurde indirekt aus der Temperatur des Objektträgerkörpers ermittelt, in den ein Pt/PtRh-Thermoelement eintaucht, ohne jedoch elektrischen Kontakt mit ihm zu haben. Temperaturdifferenzen zwischen Objektglimmeroberfläche und Trägerkörper wurden vernachlässigt. Die anderen Enden des Thermopaars sind mit Ta-Laschen an je vierfach geschlagene Thermoausgleichsdrähte gebunden. Diese gehen, wie die Heizzuleitungen, isoliert an die Vakuumdurchführungen.

### 3.2.2.4. Kontaktierung

Wird Glimmer mit Elektronen beschossen, so lädt er sich auf. Ein senkrecht zur Oberfläche aufgedampfter Metallfilm leitet zwar in sich die Elektronen, jedoch nicht über Kanten, da diese im Dampfschatten liegen und keine Verbindung zur Umgebung bieten. Aufladungen stören aber die LEED- und AES-Analysen. Um sie zu verhindern, wurde folgendes Verfahren angewandt: Bevor die Glimmerstücke an Luft gespalten in die Objekthalterung eingeschoben

wurden (s. Bild 9), wurde die spätere Substratgrundlage mit einer Goldkante versehen. Das Verfahren zeigt Bild 11:

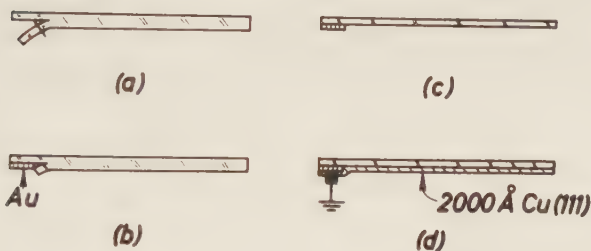


Bild 11 : Verfahren zur Kontaktierung von Metallepitaxiefilmen auf Glimmer zur LEED- und AES-Analyse (ausführliche Beschreibung siehe nachfolgender Text).

Das Glimmerstück wurde an einer Querkante angespalten und ein etwa 3 mm langer überhängender Teil abgeschnitten (Längsschnitt (a)). Der nun freiliegende Teil wurde in einer Aufdampfanlage mit Gold bedampft (Schnitt (b)). Kurz vor dem Schließen der UHV-Apparatur wurde der Rest des Glimmers abgespalten (Schnitt (c)) und das Objekt in die Halterung geschoben: Dieser Zustand ist in Bild 9 dargestellt; die karierte Fläche stellt die Goldbedampfung dar. Eine am Objektträger angepunktete W-Feder trägt einen Kontaktblock, der vor Einbau des Manipulators in die UHV-Apparatur unter Spannung auf die Goldfläche aufgesetzt werden kann: Ein auf den Glimmer epitaktisch aufgedampfter Cu-Film, der das Au überdeckt, kann so mit dem Objektträger kontaktiert werden (Schnitt (d)).

### 3.2.2.5. Elektrische Trennung des Objektträgers vom Universalmanipulator

Um die Metallfilme auf ein beliebiges elektrisches Potential gegen Erde bringen zu können, wurde der mit dem Objekt kontaktierte Träger elektrisch isoliert auf dem Universalmanipulator aufgebracht. Dazu wurde eine Glimmerscheibe zwischen die Berührungsflächen von Objektträgerhalterung und Manipulatorende eingeschoben. Außerdem wurde der Träger elektrisch mit einer Vakuumdurchführung verbunden. Auf diese Weise war es möglich, den Objektstrom zu messen oder zwischen Erde und Objekt eine beliebige Spannung zu legen.

## 3.3. Präparationstechnik

### 3.3.1. Verdampfungsquellen

Um Metallfilme mit Raten von einigen Hundertstel bis einigen Tausend Å/s aufdampfen zu können, wurden die entsprechenden Materialien aus Tiegeln sublimiert bzw. verdampft. - Eine weitere Art der Sublimation wird unter 3.3.3.1. beschrieben.

Zur Verdampfung von Cu wurde beim Bau des Ofens ein Mo-Tiegel gewählt. Da flüssiges Cu Mo benetzt und beim Abkühlen wegen seines größeren Ausdehnungs-Koeffizienten den Tiegel unter größere Spannung setzt, muß dieser eine Mindestwandstärke von 1 mm haben. Den weiteren Aufbau des Verdampfers zeigt Bild 12.

Der Mo-Tiegel ① ist in einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zylinder ② eingepaßt, der die W-Drahtheizwicklung ③ trägt und mit einer Halterung aus W-Draht ⑤ auf einen V2A-Bodenkörper ⑥ gespannt wird. Die Heiz-zuleitung wird mit einer Stromdurchführung ④ isoliert durch den Bodenkörper geführt; die Rückleitung läuft über den Tiegel ①, die Spanndrähte ⑤, den Bodenkörper zur Ofenhalterung ⑦ (=Masse). Als Heizwicklung ③ diente ein W-Draht von 0.35 mm Durchmesser. Ein Pt/PtRh-Thermoelement ⑧, an den Boden des Tiegels gepunktet, mißt die Temperatur. Die hohen Aufdampfraten von einigen 1000 Å/min wurden bei etwa 300 grd über dem Schmelzpunkt erreicht. Typisch war eine Aufdampfrate von 1500 Å/min im Abstand von 85 mm bei  $N = 100 \text{ W}$ .

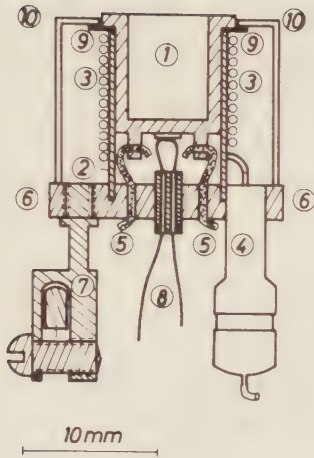


Bild 12 : Cu-Verdampfer im Längsschnitt.  
 ① Mo-Tiegel ②  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zylinder  
 ③ W-Draht-Heizwicklung  
 ④ Heizstromdurchführung  
 ⑤ W-Spanndraht ⑥ V2A Boden-  
 körper ⑦ Ofenhalterung  
 ⑧ Pt/PtRh-Thermoelement  
 ⑨ Ta-Blende ⑩ Mo-Strahlungs-  
 schutz (Beschreibung siehe  
 Text).

Die Ferromagnetica Fe, Ni und Co, deren Schmelzpunkte erheblich über dem von Cu liegen und die mit Mo bei diesen Temperaturen Legierungen bilden, kann man aus BeO-Tiegeln verdampfen (Bild 13). Die entsprechende Ofen-Konstruktion zeigte [28].

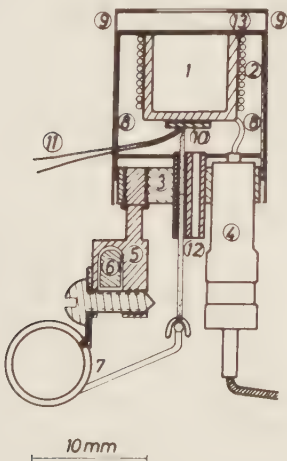


Bild 13 : Fe-Verdampfer im Längsschnitt.  
 ① BeO-Tiegel ② W-Heiz-  
 drahtwicklung ③ V2A-Boden-  
 körper ④ Heizstromdurch-  
 führung ⑤ Ofenfuß (V2A)  
 ⑥ Ofenhalterung (Stromschiene  
 aus V2A) ⑦ W-Feder mit W-  
 Andruckdorn ⑧ Ta-Spannbänder  
 ⑨ Mo-Strahlungsschutz  
 ⑩ Mo-Andruckplatte  
 ⑪ Pt/PtRh-Thermoelement  
 ⑫  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Kapillare  
 ⑬ Fassung für Ofenrand.

Die W-Drahtwindungen (2) wurden direkt um einen BeO-Tiegelkörper (1) gewickelt. Dieser wird durch einen Andruckdorn (7) gegen eine Fassung (13) über den Tiegelrand gedrückt, die ihrerseits an drei Ta-Bändern (8) am Bodenkörper (3) gehalten wird. Das Pt/PtRh-Thermoelement (11), an eine Mo-Platte (10) gepunktet, wird seitlich herausgeführt, die Platte zwischen Dorn und Tiegel geklemmt. Die Führung der Stromleitung läuft entsprechend wie beim Cu-Ofen, nur daß hier anstelle des Tiegels die Ta-Bänder (8) Rückleiter sind. Auch der Strahlungsschutz (9) entspricht der Cu-Ofenkonstruktion (s. dort (10)). Der Ofen wurde nur zum Einschmelzen des Materials über den Schmelzpunkt gefahren; die benötigten Aufdampfraten erforderten eine deutlich geringere Heizleistung. Bild 14 zeigt die Aufdampfrate dieses Ofens in Abhängigkeit von seiner Heizleistung: Man sieht, eine Aufdampfrate von  $1 \text{ Å/s}$  wird im Abstand von 83 mm



bei einer Heizleistung von  $N = 57 \text{ W}$  erreicht. Die häufig verwendeten Leistungen lagen zwischen 30 und 50 W.

Beide Konstruktionen haben sich als verhältnismäßig zuverlässige und widerstandsfähige Verdampfer bewährt.

Bild 14 : Eichkurve des Fe-Verdampfers. Geeicht wurde mit Hilfe einer Quarzwaage und einem Eichglas (zum Verfahren siehe 3.3.4.1.).

### 3.3.2. Ofenflansch

Für ein rationelles Arbeiten mit den Verdampfern wurde ein Ofenträgersystem an einem speziellen Flansch (1) entwickelt, der bis zu vier Öfen (3) aufnehmen kann (s. Bild 15):

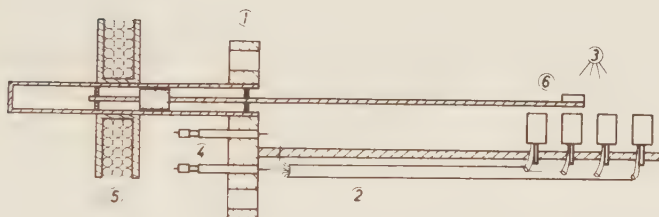


Bild 15 : Ofenflansch (schematisch) im Längsschnitt. 1 Flansch  
(2) Versorgungsleitungen (3) Öfen (4) Vakuumstromdurchführungen  
(5) Magnetspule (6) Schieber.

Dabei sind die Versorgungsleitungen (2) für die Öfen (Heizung und Thermoelemente) auf 12 Vakuumdurchführungen (4) gelegt, so daß man mit einem geeigneten Steckersystem die Öfen schnell einsetzbereit machen kann. Ein Wahlschalter verbindet ein Stromstabilisiertes Netzgerät (25 V x 6 A Maximalleistung) mit dem gewünschten Ofen; ein anderer, unabhängig davon, verbindet ein beliebiges der vier Thermoelemente mit einem hochempfindlichen Millivoltschreiber (Kipp & Zonen). Mit einer Magnetspule (5), die auf die Maximalleistung (25 V x 12 A) eines Leybold-Wechselstromnetzgerätes ausgelegt wurde, kann man von außen einen Schieber (6) im UHV über einen der Öfen setzen, so daß man gezielt und zeitlich begrenzt den entsprechenden Verdampfer für das Objekt öffnen kann. Mit Hilfe eines netzgesteuerten Relais waren so Öffnungszeiten (i.e. Dampfzeiten) bis herunter zu 1 s auf etwa 0.1 s Genauigkeit möglich.

### 3.3.3. Blendensysteme

Um spezielle Schichten auf unsere Cu(111)-Substrate dampfen zu können, wurden besondere Dampfschablonen eingesetzt.

#### 3.3.3.1. Halbschattenmethode (Keilschichten)

Um die Ergebnisse von JESSER und MATTHEWS [4,5] zu reproduzieren und darüber hinaus einen Überblick über das epitaktische Wachstum von Fe (resp. Ni) auf unserem Substrat zu erhalten, wurden die Parameter Schichtdicke und Substrattemperatur variiert: Von einem langen, durch direkten Stromdurchfluß homogen beheizten Draht wurde über eine Blende Fe bzw. Ni auf das frisch hergestellte Cu-Präparat sublimiert. Gemäß der Blendenanordnung in Bild 16 und der Zuordnung Ofen-Objekt erhält man

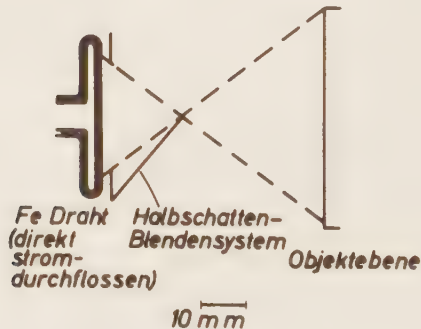


Bild 16 : Bedampfanordnung zur Präparation einer Keilschicht (Draufsicht).

auf jenem einen Fe- bzw. Ni-Keil mit annähernd linear ortsabhängiger Schichtdicke. Bei diesem Sublimationsverdampfer ist es jedoch schwierig, die Abdampftrate (d.h. die Temperatur) längs des Drahtes konstant und damit der Schichtdickenzuwachs längs der Objektachse linear zu halten. Pyrometrische Temperaturmessungen am Draht zeigten, daß man mit einer Aufdampftraten-

schwankung bis zu einem Faktor 2 bis 3 rechnen muß. Daher wurde jede Präparation mit einer Eichgläschenreihe am Objektträger (s. 3.3.4.2., Bild 22) auf die Abhängigkeit der Schichtdicke von der Objektachse kontrolliert. Nachfolgendes Bild 17 zeigt, daß die Linearität des Keils annähernd erfüllt ist.

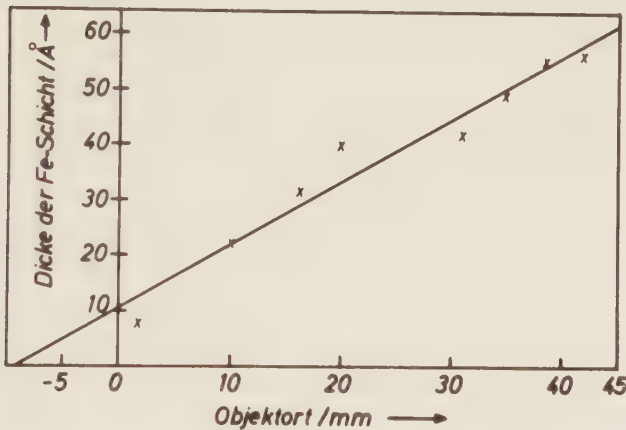
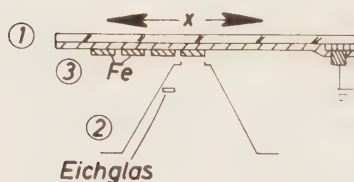


Bild 17 : Abhängigkeit der Fe-Schichtdicke vom Objektort bei einer Keilschicht. x sind Meßwerte, wie sie nach dem Verfahren, das unter 3.3.4.2. (Röntgenfluoreszenz an Vergleichsglas) beschrieben wird, ermittelt wurden.

### 3.3.3.2. Treppenschichten

Keilschichten weisen längs ihrer Ortskoordinate nicht nur eine monoton sich gleichmäßig ändernde Schichtdicke auf, sondern auch eine gleichmäßig variierende Aufdampfrate, da alle Orte unterschiedlicher Schichtdicke vom Sublimator gleich lange bedampft worden sind. Um Schichten mit definierter, homogener Übersättigung zu bekommen, wurden stichprobenartig einzelne Schichten unterschiedlicher Dicke, i.F. Stufen genannt, mit derselben Aufdampfrate und Substrattemperatur präpariert: So entstanden Treppenschichten.

Zunächst wurde ein Cu(111)-Epitaxiefilm auf der gesamten Objekt-  
oberfläche hergestellt und danach nacheinander die einzelnen Fe-  
Stufen für eine Treppenschicht aufgedampft. Die dafür notwendige  
Dampfanordnung zeigt das folgende Bild 18.



Durch Verschiebung des  
Objektträgers (1) bei  
feststehender Blende (2)  
um einen bestimmten Be-  
trag ("x-Achse", s.3.2.2.)  
ließen sich auf diese  
Weise 7 bis 8 etwa 4 mm  
breite Fe-Schichten 3  
präparieren (vgl. dazu  
Bild 11).

### 3.3.4. Schichtdicken- bestimmung

Wenn im weiteren von der  
Schichtdicke  $d$  gesprochen  
wird, so ist damit auf-  
grund der Bestimmungs-  
methode die Massendicke  
( $m/(A \cdot \rho)$ ) gemeint, wobei  
 $m$  die Masse der Substanz,  
 $A$  die Fläche und  $\rho$  die  
Dichte des aufgedampften  
Materials ist. Es wäre  
denkbar, diese direkt  
etwa über eine Eisen-  
massenbestimmung auf den  
Proben zu ermitteln. Das  
ist jedoch nicht möglich,  
da der Probenträger, der  
Glimmer, auch Eisen ent-

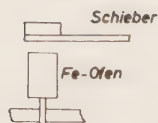


Bild 18 : Dampfanordnung zur Präparation  
einer Treppenschicht (Vorder-  
ansicht teilweise im Schnitt).

1 beweglicher Objektglimmer mit  
Cu(111)-Schicht (vgl. Bild 11(d))  
2 feststehende Dampfblende mit  
Eichglas 3 Fe-Stufen (die Prä-  
paration der 4. Stufe ist gerade  
abgeschlossen).

hält. So ist man auf indirekte Bestimmung der Massenbelegung ange-  
wiesen: etwa mit Hilfe einer Quarzwaage (s. 3.3.4.1.) oder über  
ein Vergleichsglas, das in den Eisendampfstrahl neben das Objekt  
gehalten wird.

### 3.3.4.1. Die Quarzwaage

Vergrößert sich die Masse des schwingenden Teils eines Schwingquarzes, etwa durch Bedampfung, so verändert sich seine Eigenfrequenz bzw. Schwingungsdauer, und diese Änderung ist in weiten Bereichen proportional zur zusätzlichen Massenbelegung: Wenn der Zusammenhang zwischen Massenbelegung auf dem Quarz und Frequenzänderung bekannt ist, kann man die von uns angegebene Schichtdicke auf dem Objekt (s. oben) aus der Frequenzänderung direkt ermitteln (zum Verfahren 3.3.4.2.), falls Quarz und Objekt nebeneinander im Dampfstrahl stehen und bei beiden der Haftkoeffizient gleich ist.

Im allgemeinen ist für den Zusammenhang noch die Geometrie zwischen Ofen, Objekt und Quarz zu berücksichtigen: Werden Objekt und Quarz unter genügend kleinem Winkel zur Dampfrichtung des Ofens angeordnet, berechnet sich die Schichtdicke  $d^{\text{Obj}}$  auf dem Objekt aus der ermittelten auf dem Quarz  $d^{\text{Q}}$

$$d^{\text{Obj}} = (R_{\text{Q}}/R_{\text{Obj}})^2 d^{\text{Q}} . \quad (15)$$

Hierbei sind  $R_{\text{Q}}$  und  $R_{\text{Obj}}$  die Abstände Fe-Ofen/Quarz bzw. /Objekt. Diese Bedingung läßt sich in der experimentellen Anordnung nicht immer erfüllen, darum muß für den Zusammenhang zwischen  $d^{\text{Obj}}$  und  $\Delta f$  ein experimenteller Geometriefaktor zwischen Massenbelegung auf dem Quarz und auf dem Objekt bestimmt werden (zum Verfahren s. 3.3.4.2.).

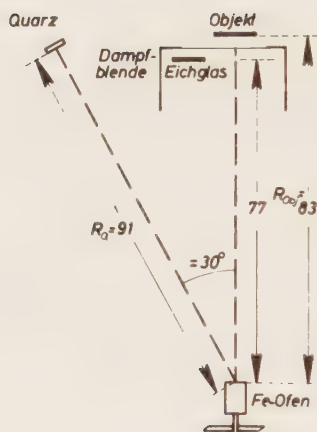
Unsere experimentelle Anordnung zeigt das folgende Bild 19 (vgl. Bild 18): Darin wurde ein Zusammenhang für die Massenflächendichte auf dem Objekt  $m_{\text{Obj}}/A_{\text{Obj}}$  mit der Änderung der Quarzfrequenz  $\Delta f$  von

$$\frac{m_{\text{Obj}}}{A_{\text{Obj}}} = 7.781 \cdot 10^{-9} \text{ g/cm}^2 \cdot \Delta f / \text{Hz} \quad (16)$$

ermittelt. Mit der Dichte von Fe,  $\rho_{\text{Fe}} = 7.86 \text{ g/cm}^3$ , ergibt sich

$$d^{\text{Obj}} = 0.099 \text{ Å/Hz} \cdot \Delta f , \quad (17)$$

mit einem mittleren quadratischen Fehler des Eichfaktors von 4%.



**Bild 19** : Dampfanordnung zur Präparation einer Treppenschicht (Seitenansicht im Schnitt) (vgl. Bild 18) mit (Meß-) Quarz in der im Experiment verwendeten Anordnung.

Die Frequenzänderung an einem Schwingquarz, der im UHV gemeinsam mit dem Objekt bedampft wird, wurde mit Hilfe eines Nachbaus einer von WEHKING [29] entwickelten Schaltung gemessen. Im Prinzip wird hierbei die Frequenz des Meßquarzes direkt am UHV-Flansch von einer Normalfrequenz sehr hoher Stabilität subtrahiert und dieses Differenzsignal  $f_d$  digital auf einem Lochstreifen, manchmal auch analog auf einem Schreiber registriert. Die Anfangsfrequenz des Meßquarzes lag bei etwa 10 MHz; der Normalquarz schwingt mit  $10 \text{ MHz} \pm 0.005 \text{ Hz/d}^{1)}$ .

Die Schwingkonstanz des Meßquarzes in dieser Meßanordnung hängt von drei Umständen ab:

- 1) Der Quarz muß einen guten elektrischen Kontakt zur Schwing-schaltung am UHV-Flansch haben, was bei mechanischen Erschütterungen oft nicht gewährleistet ist. (NB: Die von uns nachgebaute Schaltung schwingt auch ohne Quarz.)
- 2) Die nach der Subtraktionsbildung folgende Schalteinheit ist ein Siebglied, die alle Frequenzen oberhalb von 100 kHz stark dämpft. Darum müssen Meßquarze nach einer Massenbelegung, die mehr als 60 kHz entspricht, ausgetauscht werden. NB: Das ent-

<sup>1)</sup> Hewlett-Packard, Crystal Oscillator Nr. 10544 A.

spricht in unserer Meßanordnung etwa 6000...7000 Å Objektschichtdicke.

- 3) Die Quarzfrequenz ändert sich auch unter Temperatureinfluß. Um eine Meßgenauigkeit von  $\pm 0.01$  Å zu bekommen, nutzte WEHKING [29] die Tatsache, daß Schwingquarze in ihrer Temperaturcharakteristik ein Frequenzminimum aufweisen: Betreibt man sie bei dieser Temperatur, kann man es erreichen, daß etwa Erwärmung durch Strahlung des geöffneten dampfenden Ofens, des aufgeheizten Objekts oder allgemein der erwärmten Umgebung die Eigenfrequenz während einer Präparation nicht entscheidend verändern. Die Lage des Minimums hängt stark vom sog. Schnittwinkel des Quarzes ab: Für unsere Meßquarze lagen sie bei etwa  $45^{\circ}\text{C}$  bis  $50^{\circ}\text{C}$ .

In Bild 20 ist aufgetragen die Differenzfrequenz zwischen Normal- und Meßquarz  $f_d$  gegen die Temperatur, die mit einem Ni/CrNi-Thermoelement gegen Zimmertemperatur gemessen wurde.

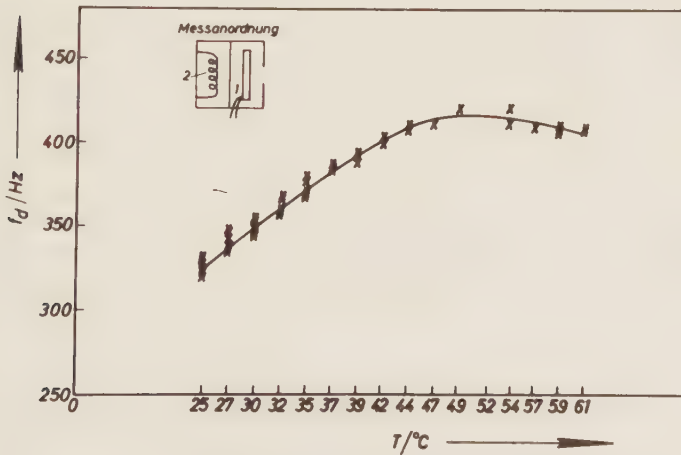


Bild 20 : Temperaturabhängigkeit der Quarzfrequenz.

- 1 Meßquarz mit Thermoelement
- 2 Heizwendel.

Die Kurve wurde aus gleichzeitig aber getrennt aufgenommenen Frequenz- und Temperaturwerten (Lochstreifen!) gewonnen, wobei die Temperatur am Quarzrand 1 mit dem Thermoelement abgenommen wurde. Dazu befand sich der Quarz in der zweiten Kammer eines Doppelgehäuses (siehe Bild 20), in dessen erster Kammer eine Heizwendel 2 untergebracht war. Die Frequenz- und Temperaturwerte wurden, als y- und x-Werte zugeordnet, von einem x-y-Schreiber gegeneinander aufgetragen: So entstand Bild 20.

Betreibt man den Meßquarz also bei Zimmertemperatur, so muß man mit einer Frequenzänderung infolge Temperatureinfluß von etwa 5 Hz/grad rechnen; bei höherer Temperatur wird dieser Einfluß immer kleiner -bis zum Minimum.

Das System Quarz/Strahlungsschutz kann seine Temperatur auch beim Aufheizen des Fe-Ofens und während der Bedampfungsphase ändern. Dabei muß man zwei Änderungen unterscheiden:

- 1) Die Temperaturerhöhung infolge gleichmäßiger Erwärmung der Umgebung: diese verläuft so langsam, daß Quarz und Quarzgehäuse immer auf praktisch gleicher Temperatur sind.
- 2) Die Temperaturerhöhung infolge Bedampfung: Dabei bestrahlt der geöffnete Fe-Ofen Quarz und Gehäuse, aber ihre Temperaturänderungen müssen nicht gleich sein. Der Unterschied wird sich nach der Bedampfungsphase aber wieder ausgleichen.

Bild 21 zeigt beides am Beispiel der Präparation 50605.

Die Zeitmessung beginnt mit dem Anheizen des Fe-Ofens. Dabei ändert sich die Gehäusetemperatur, die mit einem Fe-Konst-Thermoelement gemessen wurde (siehe Meßanordnung im Bild 21), in etwa 30 min um ca. 20 grad.

Nach jedem Öffnen des Ofens sieht man (rechter Teil im Bild 21) am Gehäusetemperaturverlauf eine kurze Abkühlphase: Der Gleichgewichtswert liegt in der Nähe der Ausgangstemperatur. Auch die Frequenz stabilisiert sich in ähnlicher Weise, was als Indiz für das Einlaufen in eine Gleichgewichtstemperatur genommen werden kann. Das System Quarz/Strahlungsschutz strebt also nach dem Schließen des Ofens praktisch der Ausgangstemperatur zu: Alle Frequenzwerte wurden unter dieser Bedingung abgelesen (s. 3.3.4.2.).

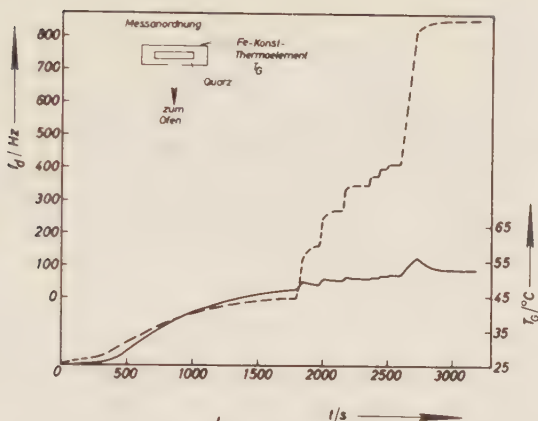


Bild 21 : Zeitverlauf der Quarzfrequenz  $f_d$  (---) und der Gehäusetemperatur  $T_G$  (—). Links im Bild Anstieg von Frequenz und Temperatur während des Aufheizens des geschlossenen Fe-Ofens auf Arbeitstemperatur. Rechts Frequenz- und Temperaturverlauf während der Stufenpräparation. Oben links die Meßanordnung.

Die Systemtemperatur, am Gehäuse gemessen, schwankt im Beispiel Bild 21 während der Präparation zwischen 45-55°C (Bezugstemperatur 25°C): Die Quarztemperaturwerte liegen also in der Gegend des Frequenzminimums. Man kann so den maximalen Fehler infolge Quarzerwärmung während der gesamten Bedampfung mit ca.  $\pm 3$  Hz, also mit Gl.(17) ca.  $\pm 0.3 \text{ \AA}$  abschätzen.

Zwei Beispiele (Treppenschicht Nr. 50605 für hohe und 50603 für niedrige Aufdampfzeiten) zeigt Tabelle 1. Die erste Spalte gibt die fortlaufende Nummerierung der Stufen an. Spalte 2 bzw. 4 die zugehörigen Schichtdicken, mit der Quarzwaage ermittelt. Hinter jeder Schichtdicke ist der relative Fehler infolge Quarzerwärmung angeführt (Spalte 3 bzw. 5). Beispielsweise Probe 50605: Beginn der Präparation der 2. Stufe bei  $t = 1970 \text{ s}$  (Bild 21); Ende bei  $t = 2000 \text{ s}$ . Aus der  $f_d(t)$ -Kurve ergibt sich  $\Delta f_2 = 126 \text{ Hz}$ , das ergibt eine Schichtdicke von  $12.0 \text{ \AA}$  (Spalte 2, Tabelle 1). Die  $T_G$ -Kurve weist zu Beginn  $T_G \approx 48^\circ\text{C}$  auf, etwas nach dem Ende  $T_G \approx 49^\circ\text{C}$ . Gemäß Bild 20 entspricht das einer Frequenzänderung infolge Quarzerwärmung von  $\Delta f_d = 0.6 \text{ Hz}$ , also  $\Delta d = 5 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}$  oder einem relativen Fehler von 0.47% (Spalte 5, Tabelle 1).

Tabelle 1

|        |     | Nr. 50603 |            | Nr. 50605 |            |
|--------|-----|-----------|------------|-----------|------------|
| Stufen | Nr. | d/Å       | Fehler/%   | d/Å       | Fehler/%   |
|        | 1   | 20.4      | $\pm 1,00$ | 15.1      | $\pm 0.39$ |
|        | 2   | 14.5      | 0          | 12.0      | $\pm 0.04$ |
|        | 3   | 9.9       | $\pm 0.05$ | 8.0       | 0          |
|        | 4   | 2.6       | 0          | 3.7       | 0          |
|        | 5   | 3.7       | 0          | 3.0       | $\pm 0.17$ |
|        | 6   | 1.4       | $\pm 0.36$ | 1.8       | $\pm 0.28$ |
|        | 7   | 37.4      | $\pm 0.05$ | 41.0      | $\pm 0.11$ |

### 3.3.4.2. Vergleichsglas (Röntgenfluoreszenz)

Die Ermittlung der Massenbelegung auf einem Gläschen, das zum Vergleich neben das Objekt in den Eisendampfstrahl gehalten wurde, kann aus der Zählrate bei einer Röntgenfluoreszenz gewonnen werden, wenn man sie mit einer Zählrate vergleicht, die man bei Röntgenfluoreszenz an einem Eichnormal bekannter Eisenmassenbelegung erhält. Die Genauigkeit des Verfahrens liegt bei 5%<sup>1)</sup>.

In dieser Weise wurde die Eichung (17) für Treppenschichten vorgenommen: Ein Eichgläschen (s. Bilder 19 und 20) wurde in unmittelbarer Nähe des Objekts aufgehängt, so daß seine Schichtdicke nur noch durch Beziehung (15) auf die des Objektes umgerechnet werden mußte. Da dieses Gläschen bei allen Stufen der Treppe immer wieder bedampft wurde, ergab die Röntgenfluoreszenz -unter Berücksichtigung von Gl.(15)- die Summe aller Schichtdicken der Treppe  $d_{ges}^{Obj}$ . Diese ermöglichte -ins Verhältnis zur gesamten Frequenzänderung  $\Delta f_{ges}$  gesetzt- eine Eichkonstante für die Quarzanordnung zu ermitteln (sie wurde bei jeder Treppenpräparation kontrolliert) und über die Frequenzänderung bei der i-ten Stufe deren Massenbelegung  $m_i/A_i$  zu bestimmen:

<sup>1)</sup> Für die Messung danke ich Dipl.-Phys. R. Tham.

$$d_i = \frac{m_i}{A_i \cdot \rho_{Fe}} = \frac{\Delta f_i}{\sum \Delta f_j} \cdot \frac{d_{ges}^{Obj}}{d_V} \cdot \frac{m_{Rö}}{A_V \rho_{Fe}}, \quad (18)$$

wobei neben den bekannten Größen  $m_{Rö}$  die aus Röntgenfluoreszenz ermittelte Masse und der Index V das Vergleichsglas bezeichnen. Der letzte Bruch ist gleich  $d_V$  und  $d_{ges}^{Obj}/d_V = (R_V/R_{Obj})^2$  (s. Bild 19). Aus  $(d_V/\sum \Delta f_j) \cdot (d_{ges}^{Obj}/d_V)$  wurde der Eichfaktor in Gl. (17) bestimmt.

Bei diesem Verfahren ist die Gültigkeit der Voraussetzung  $\Delta f/\Delta m = \text{const}$  im wesentlichen abhängig von der Schwingungskonstanz des Quarzes (s. Diskussion 3.3.4.1.). Um den Temperatureinfluß des Ofens auf die Eigenfrequenz zu verkleinern, wurde  $\Delta f_{ges}$  und  $f_i$  bei laufenden Aggregaten (Ofen und Objekt) gemessen und ausgewertet. Der Temperatureinfluß durch die Umgebung und durch die Selbstaufheizung beim Einschalten wurde beim Ablesen der Anfangs- und Enddifferenzfrequenz berücksichtigt: Vor jeder Ablesung wurde das Einlaufen der Frequenzanzeige in einen Gleichgewichtswert abgewartet. Bei einer Temperaturkontrolle (am Quarzstrahlungsschutz) zeigte es sich, daß dieses "Einlaufen" als Temperatenausgleich im System Quarz und Gehäuse verstanden werden kann (s. 3.3.4.1.). NB: Die oben erwähnte Eichkonstante (Gl. (17)) wurde bei sorgfältiger Temperaturkontrolle an mehreren Präparationen ermittelt.

Für die Schichtdickenbestimmung bei den Keilschichtpräparationen wurde die Röntgenfluoreszenz zusätzlich zur Bestimmung des Schichtdickenverlaufs eingesetzt. Dazu wurde folgendes Arrangement (s. Bild 22) getroffen:

Dem Ofenblendensystem (s. Bild 16) wurde je 5 min vor und nach der Keilpräparation (Bildteil (a)) ein seitlich am Objektträger angebrachter Rahmen mit Vergleichsgläschen dem Dampfstrahl dargeboten (Bildteil (b)). Aus der Sicht des Ofens (Bildteil (c)) zeigt sich eine Reihe von ca. 20 bis 25 2mm breiten und 5mm hohen Gläsern in einem Al-Rahmen, die das Ferromagnetikum in gleicher Massenbelegungsverteilung repräsentieren, wie sie auf dem Objekt vorlag (s. Bild 17): Aus dieser konnte jedem Ort der Längsachse des Objektes eine Massenbelegung zugeordnet werden und damit eine Schichtdicke.

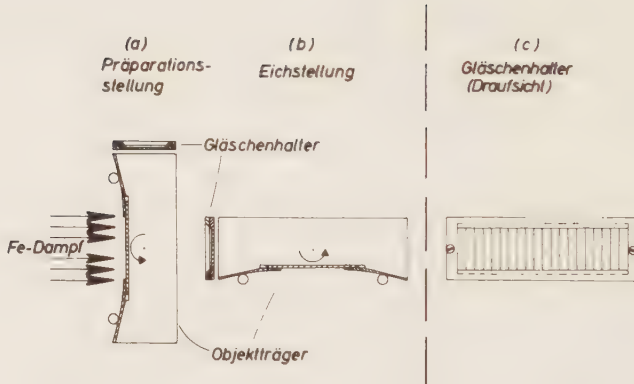


Bild 22 : Anordnung des Gläschenrahmens am Objektträger: a) während der Präparation; b) vorher und nachher während der Eichbedampfung; c) in Stellung b) vom Sublimator aus gesehen.

#### 3.3.4.3. Vergleichsglas (Magnetisierungsmessung)

Wurde das Fe auf ein unbedecktes Vergleichsglas gebracht, konnte es in der bekannten  $\alpha$ -Struktur aufwachsen; diese Vergleichsschicht wurde mit Cu zum Schutz gegen Oxydation abgedeckt. Bei dieser Anordnung wurde in einigen Fällen das Eisenvolumen aus dem Vergleichsglas durch Messung der Magnetisierung bestimmt<sup>1)</sup>: Die Schichtdicke ist dann

$$d_V = m / (M \cdot A_V) , \quad (19)$$

wobei hier  $m$  das bekannte magnetische Moment von  $\alpha$ -Fe und  $M$  die Magnetisierung der Probe bezeichnen. Daraus konnten in derselben Weise wie unter 3.3.4.2. beschriebenen Schichtdicken  $d_1$  berechnet werden. Die beiden Werte wurden in drei Fällen überprüft -s. Probennummer 41125, 50425 und 50429- und Abweichungen von 2-3% vom Mittelwert gefunden.

<sup>1)</sup> Für die Messung danke ich Dipl.-Phys. W. Kümmerle.

#### 4. Experimentelle Ergebnisse

Es wurde auf ein Cu(111)-Substrat spektralreines Fe sublimiert. Dabei wurden die Parameter Substrattemperatur  $T_s$  und Aufdampf-rate  $A$  variiert, um

- die Pseudomorphie beim Aufwachsen des (unter Normalbedingungen raumzentrierten) Fe auf der flächenzentrierten Unterlage zu studieren (Übergang von kubisch flächenzentriertem  $\gamma$ -Fe zu kubischraumzentriertem  $\alpha$ -Fe). Dies geschieht mit Hilfe von LEED.
- den Übergang von flächenhaftem zu inselhaftem Wachstum in Abhängigkeit von der Übersättigung  $\mu = \mu(T_s, A)$  zu studieren (mit Hilfe von AES).
- die magnetischen Eigenschaften von epitaktischem  $\gamma$ -Fe untersuchen zu können (nicht Gegenstand, sondern Motiv dieser Arbeit).

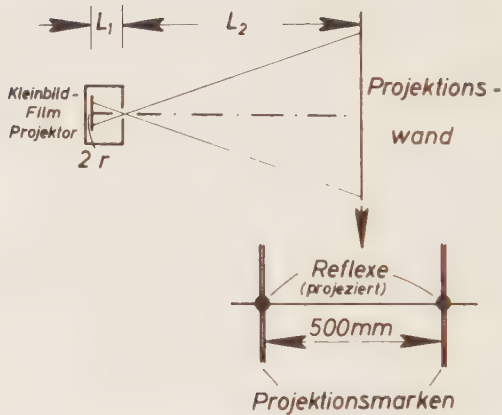
##### 4.1. Strukturuntersuchungen

Die LEED-Bilder wurden in der UHV-Apparatur mit einer Kleinbildkamera ( $24 \times 36 \text{ mm}^2$ ) durch ein Fenster aufgenommen (Film: Ilford HP4; Entwicklung: Neofin rot, zeitlich 20% überentwickelt).

Die Reflexabstände der Bilder von Eisenschichten relativ zu denen des darunterliegenden Cu werden folgendermaßen gemessen: die Aufnahmen werden mit Hilfe eines Kleinbildprojektors auf ein Strichmarkensystem an die Wand geworfen. Dazu wurde der Projektor so lange meßbar auf einer optischen Bank senkrecht zur Projektionswand verschoben, bis zwei Reflexe, deren Abstand  $2r$  gemessen werden sollte, mit den Marken zur Deckung gebracht wurden. Dabei verhalten sich die Reflexabstände auf dem Film und der Wand wie die Abstände  $L_1$  und  $L_2$  (Bezeichnungen s. Bild 23).

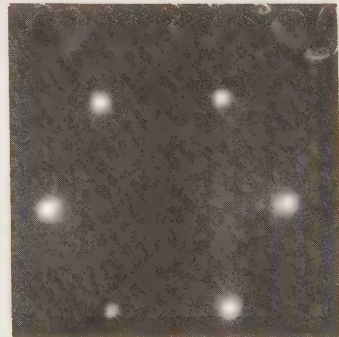
Dann gilt  $2r/500 \text{ mm} = L_1/L_2$ . Da  $L_1$  eine Konstante ist, gilt  $r \propto L_2^{-1}$ . Mit dieser Auswertmethode konnten die an Eisen gemessenen Reflexabstände, auf die Cu-Abstände normiert,  $r_{\text{Fe}}/r_{\text{Cu}}$ , mit einer Genauigkeit von 0.3% gemessen werden. Ein Beispiel ist in Bild 33(d) eingetragen.

Bei LEED-Analysen an unseren Keil- wie Treppenschichten fanden wir folgendes Verhalten: Bei Fe-Schichten von nur wenigen Å Dicke



**Bild 23** : Projektionsanordnung zur Ausmessung der LEED-Reflexe.  
Oben: Draufsicht im Schnitt; darunter: Projektionswand  
in Draufsicht.

zeigte sich ein LEED-Beugungsbild sechszähliger Symmetrie wie  
sie Bild 24a wiedergibt; im Vergleich zur Cu-Unterlage (s. Bild 24b)



(a)

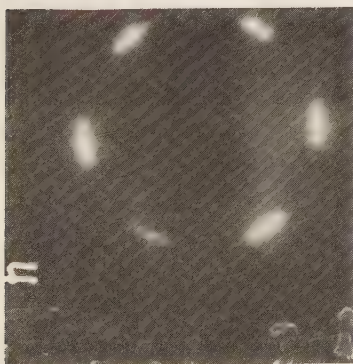
(b)

**Bild 24** : LEED-Bilder einer dünnen, geschlossenen Fe-Schicht (5.1 Å) (a) und  
von Cu(111) (b). Die Reflexe wurden mit einem Elektronenstrahl der  
Energie  $E_p = 123\text{ eV}$  erzeugt.

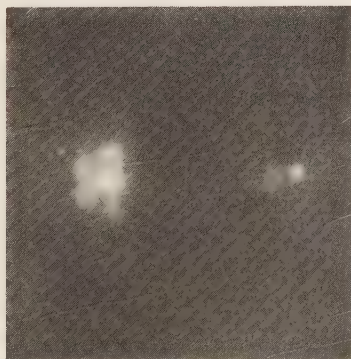
zeigt sich qualitativ kein Unterschied. Die Messungen an solchen LEED-Bildern ergaben, im Rahmen der Meßgenauigkeit, keinen Unterschied zwischen den Reflexabständen der Eisenbilder und der Cu(111)-Bilder. Die Beugungsbilder wurden mit derselben Primärenergie  $E_p = 123 \text{ eV}$  erzeugt. Ein Beispiel für die Reflexausmessung wird im Zusammenhang mit der AES-Analyse wiedergegeben (s. Bild 33(d)).

Man findet hier also die flächenzentrierte  $\gamma$ -Modifikation des Fe, wie auch KORITKE [3] und JESSER und MATTHEWS [4,5] gezeigt haben. Die vollständige Übereinstimmung der Reflexabstände für  $\gamma$ -Fe und der Cu-Unterlage bedeutet, daß die  $\gamma$ -Fe-Filme vollständig pseudomorph sind, ohne Fehlpaß zum Substrat.

Bei sehr dicken Fe-Schichten fanden wir ebenfalls sechszählige Symmetrie (s. Bild 25a), jedoch statt der Einzelreflexe Triplets, die offenbar auf einem gemeinsamen Kreis liegen. Bei Variation der Primärenergie zwischen 90 eV und 116 eV findet man neben dem Triplett noch ein Dublett, das -bei Verzicht auf Reflexintensität-



(a)



(b)

Bild 25 : (a) LEED einer dicken, geschlossenen Fe-Schicht ( $30 \text{ \AA}$ ,  $E_p = 123 \text{ eV}$ )  
(b) LEED-Reflexe (links) an einer solchen Schicht mit Spiegelreflex (rechts) ( $E_p = 95 \text{ eV}$ ): Die Reflexgruppe ist sechszählig zu ergänzen.

bei einer "Kompromiß"-Energie (95 eV) gemeinsam mit dem Triplett erscheint: Bild 25b zeigt rechts den Spiegelreflex (00) und links

eine (Quintett-) Reflexgruppe, die man sich sechszählig ergänzt denken muß.

Zur Typisierung betrachte man Bild 26. Messungen an diesem Reflexsystem ergaben die Winkel  $\phi^T = \pm 10^\circ$  und  $\phi^D = \pm 5^\circ$  bei einer Meßgenauigkeit von 5%. Die relativen Radien ergaben sich zu  $r_{Fe}^T/r_{Cu} = 0.943 \pm 0.3\%$  und  $r_{Fe}^D/r_{Cu} = 1.091 \pm 0.3\%$ .

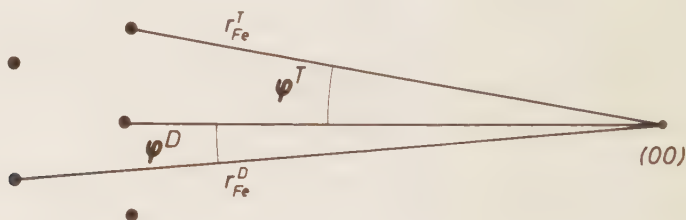


Bild 26 : Typisierung der Reflexe Bild 25(b).  $r_{Fe}^T$  = Radius des Triplets;  $r_{Fe}^D$  = Radius des Dupletts;  $\phi^T$  bzw.  $\phi^D$  die entsprechenden Winkel.

Zur Interpretation des Beugungsbildes von dicken Fe-Schichten betrachte man Bild 27. Im linken Drittel sind die experimentell gefundenen Beugungsbilder gegenübergestellt. Wir gehen nun von der Hypothese aus, daß dicke Fe-Schichten als  $\alpha$ -Fe mit der Ebene (110) parallel zu Cu(111) aufwachsen. In der Bildmitte sind beide Oberflächenstrukturen dargestellt, wobei krz (110)  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  parallel zu kfz (111)  $[10\bar{1}]$  ist. Zur Überprüfung der Hypothese leiten wir die theoretischen Beugungsbilder aus diesen Strukturen ab und vergleichen sie mit den experimentell gefundenen LEED-Bildern. Dies ist rechts im Bild 27 gezeigt: Unter dem theoretischen Beugungsbild des Cu(111) ist das des  $\alpha$ -Fe(110) gezeichnet (volle Kreise). Letzteres muß man sich sechszählig ergänzt denken und ebenso das um  $\phi^T = 10.5^\circ$  dazu verdrehte (offene Kreise).

Der qualitative Vergleich der theoretisch gewonnenen Beugungsbilder mit den LEED-Aufnahmen ist befriedigend. Darüberhinaus stimmen die experimentell ermittelten Radienverhältnisse  $r_{Fe}^T/r_{Cu}$  und  $r_{Fe}^D/r_{Cu}$  mit den aus den theoretischen Beugungsbildern be-

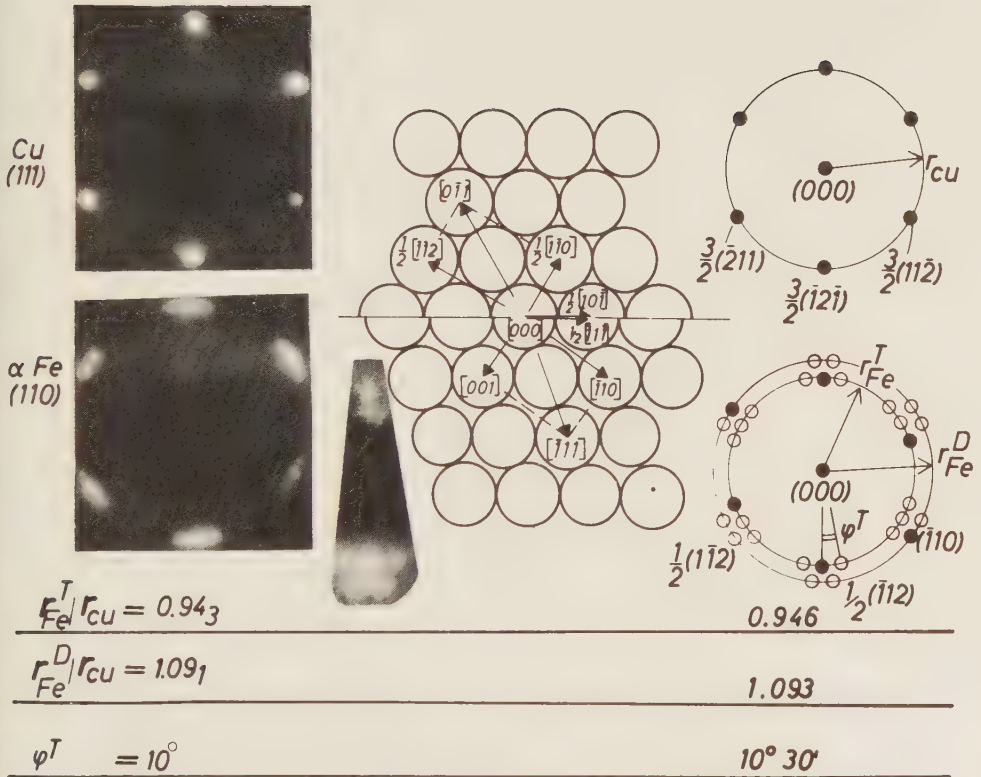


Bild 27 : Zur Interpretation des für dicke Fe-Schichten gefundenen LEED-Bildes. Experimentell gefundene Beugungsbilder und die Meßergebnisse der relativen Radien und des Winkels  $\phi^T$  (links). Modell einer hypothetischen Oberflächenstruktur mit  $krz(110)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  parallel zu  $kfz(111)[10\bar{1}]$  (Mitte). Daraus abgeleitete theoretische Beugungsbilder mit den berechneten relativen Radien und dem Winkel  $\phi^T$  (rechts).

rechneten im Rahmen der Meßgenauigkeit von 0.3% überein. Dasselbe läßt sich von den entsprechenden Werten von  $\phi^T$  sagen, wenn man die Meßgenauigkeit von 5% berücksichtigt.

Der Übergang von  $\gamma$ -Fe zu  $\alpha$ -Fe ist in Bild 28 dargestellt. Hier sind die Schichtdicken  $d_{Fe}$  logarithmisch gegen die Substrattemperatur  $T_s$  aufgetragen: Die Dickenbereiche -beobachtet an Treppenschichten- für den Übergang vom  $\gamma$ -Reflexmuster bis zum

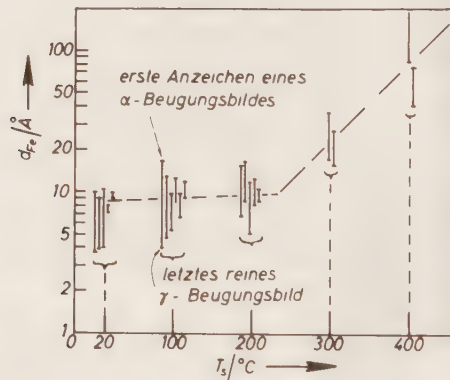


Bild 28 : Schichtdicke in Abhängigkeit von der Substrattemperatur. Eingetragen sind als Begrenzung der Striche die Schichtdicke der dicksten Stufe mit reinem  $\gamma$ -Fe-Beugungsbild (untere Grenze) und die Dicke der dünnsten Stufe mit ersten Anzeichen eines  $\alpha$ -Fe-Beugungsbildes (obere Grenze). Jeder Strich repräsentiert eine Treppenschicht.

ersten Anzeichen der Eisenmassivstruktur ( $\alpha$ -Fe) sind als senkrechte Striche angegeben. Das untere Ende dieses Striches repräsentiert die dickste Schicht, welche -bei vorgegebener Substrattemperatur- noch reine  $\gamma$ -Struktur zeigt, das obere Ende die dünnste Schicht mit Andeutungen von  $\alpha$ -Reflexen (i.a. bei zusätzlichen  $\gamma$ -Reflexen). Jeder Strich repräsentiert eine Treppenschicht aus 7 Stufen.

Bei  $T_s = 400^\circ\text{C}$  finden wir reines  $\gamma\text{-Fe}$  für  $d < 60 \text{ \AA}$ , in guter Übereinstimmung mit KORITKE [3], der für  $\gamma\text{-Fe}$  auf Cu feststellte, "daß die einkristalline Kupferunterlage bis zu ... (80  $\text{\AA}$ )... auf die Ausbildung der  $\gamma$ -Struktur des Fe wirksam ist".

Zum genaueren Studium der Pseudomorphie des  $\gamma\text{-Fe}$  und des Strukturübergangs vom  $\gamma$ - zum  $\alpha\text{-Fe}$  wurden Keilschichten präpariert (s. 3.3.3.1.). Diese weisen eine kontinuierliche Schichtdicke längs der x-Achse auf. Bild 29 zeigt einen LEED-Bild-Raster, aufgenommen an Keilschicht 40103. Die Bilder wurden längs einer ansteigenden Geraden gruppiert, die das gleichmäßige Ansteigen der Keilschichtdicke darstellt: die jeweils zugehörige Schichtdicke ist als Abszisse angegeben.

Man findet bis  $14.2 \text{ \AA}$  Schichtdicke das konforme LEED-Bild der Cu-Unterlage (s.  $d = 0 \text{ \AA}$ ). Das folgende Bild, bei  $16 \text{ \AA}$ , weist eindeutig die ersten Anzeichen des  $\alpha\text{-Fe}$ -Beugungsbildes auf.

Ab etwa  $28.5 \text{ \AA}$  ist auf den Bildern auch die Andeutung des Dubletts, also das gesamte Quintett zu erkennen.

Zusammenfassend kann man sagen: Epitaktisch im UHV auf Cu(111) aufgedampftes Eisen wächst zunächst als vollständig pseudomorphes  $\gamma\text{-Fe}$  auf. Oberhalb einer Schichtdicke, die von der Temperatur abhängt, geht es in die stabile  $\alpha\text{-Fe}$ -Struktur über, wobei

$$\text{krz}(110); [\bar{1}\bar{1}\bar{1}] \text{ parallel zu } \text{kfz}(111); [10\bar{1}]$$

ist.

#### 4.2. AES-Analyse

Die zusätzliche Variation der Aufdampfrate, neben der Substrattemperatur, hatte zwar keinen erkennbaren Einfluß auf den Dickenbereich, bei dem  $\gamma\text{-Fe}$  beim Aufwachsen in  $\alpha\text{-Fe}$  übergeht, jedoch sehr deutlich darauf, ob Fe auf Cu(111) flächenhaft oder inselhaft aufwächst.

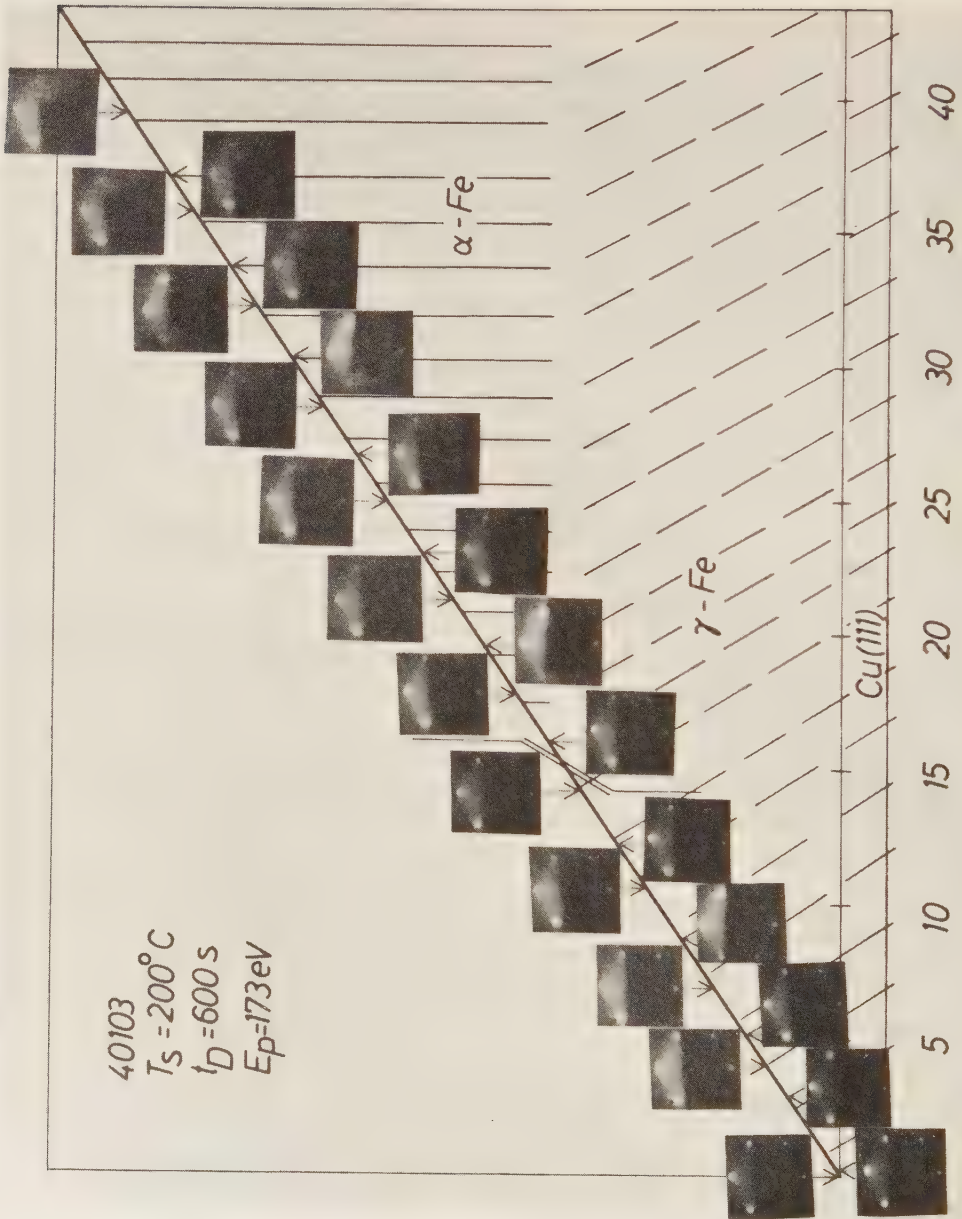


Bild 29 : Schematische Darstellung einer Keilschicht mit den zur Schichtdicke (Abzisse) zugeordneten LEED-Aufnahmen. Durchgehend schraffiert ist das Cu-Substrat, gestrichelt schraffiert das  $\gamma\text{-Fe}$  und senkrecht schraffiert das  $\alpha\text{-Fe}$ . Nicht schraffiert ist der Übergangsbereich: Er liegt hier zwischen  $14.2\text{ \AA}$  und  $16.0\text{ \AA}$ .

Zur chemischen Analyse der Materialien wurde der 60.2 eV-Peak aus dem Cu- und 46.5 eV-Peak aus dem Eisenspektrum ausgewertet, beides MMM-Übergänge [30]. In der AES-Technik ist die Augerintensität  $I$  bei der  $dN/dE$ -Schreibweise als Spitze-Spitze-Abstand des Signals festgelegt. In unserem Falle mußte noch ein stark variierender Untergrund (s. Bild 30) berücksichtigt werden. Die gemessene Intensität  $I^*$  wurde additiv um ein  $I^0$  korrigiert, das

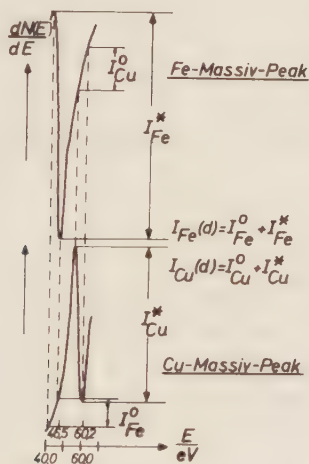


Bild 30 : Zur Definition der Augerintensität.  $I_{Cu}^0$  und  $I_{Fe}^0$  sind die Korrekturgrößen (Untergrund) für Cu bzw. Fe.  $I_{Cu}^*$  und  $I_{Fe}^*$  sind die Spitze-Spitze-Abstände der Peaks. Hier ist in beiden Fällen  $I(d) = I_{max}$  dargestellt.

die Untergrundsänderung zwischen den beiden Spitzen repräsentiert und das am Kurvenverlauf abgenommen wurde, wenn der Massivpeak des jeweils anderen Materials geschrieben wurde.

Die so erhaltene Intensität  $I$  wurde auf den Cu-Massivpeak  $I_{Cu}^{max}$  normiert und gegen die x-Koordinate des Objekts aufgetragen. Als ein Beispiel sieht man das Ergebnis davon im unteren Teil des Bildes 31: Volle Symbole bedeuten  $I_{Cu}$ , offene  $I_{Fe}$ . Im oberen Teil finden sich die Ergebnisse der schon besprochenen Schichtdickenmessung: Die Schichten sind als Rechtecke auf dem Cu(111)-Substrat dargestellt (vgl. Bild 17), dabei ist die Höhe durch

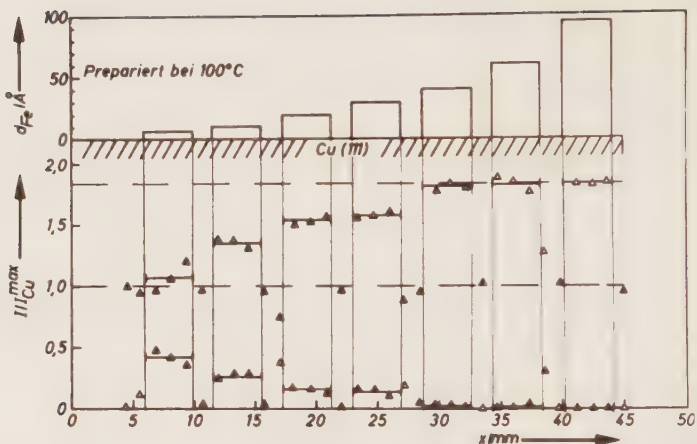


Bild 31 : Zur Auswertung der Augerintensitäten der Treppenschicht 41125. Schematische Darstellung der Treppenschicht im Längsschnitt (oben). Zuordnung der gemäß Bild 30 gewonnenen Intensitäten zum Objektort (unten):  $\Delta$  für Augerintensitäten des Fe;  $\blacktriangle$  für Intensitäten des Cu. Im Raster spiegelt sich die Objektoberfläche wieder (Verbindungslinien vom oberen zum unteren Teil). Man erhält für jede Stufe je 3 Intensitätswerte für Fe und Cu.

die Schichtdickenmessung festgelegt (s. Ordinate) und die Breite durch die AES-Analyse (s. heruntergelotete Orientierungslinien).

Im folgenden werden die normierte Intensität  $I/I_{Cu}^{max}$  und die Schichtdicke  $d$  gegeneinander aufgetragen: Die so entstandenen Kurven (s. unten) werden von uns als Augerprofile (AP) bezeichnet. Es sollen zunächst AP aller repräsentativen Präparationen vorgestellt werden, dann die AP mit hoher Übersättigung und schließlich die AP mit niedriger Übersättigung.

#### 4.2.1. Überblick über die Meßergebnisse der AES-Analyse

Zunächst soll hier ein repräsentativer Überblick über die AP von Treppenschichten gegeben werden, geordnet in den Parametern Aufdampf-rate  $A$  und Substrattemperatur  $T_s$ . Man findet in Bild 32 (s.S.50) AP von Proben mit zunehmendem  $A$  von oben nach unten, mit zunehmenden  $T_s$  von links nach rechts (genaue Meßdaten der Treppenschichten im Anhang). Beispielsweise zeigt die 2. Zeile von unten eine komplette Temperaturfolge mit einer etwa konstanten Aufdampf-rate, nämlich  $0.3\text{--}0.5 \text{ \AA/s}$ , die wir im weiteren als hohe Aufdampf-rate ansehen. Die 2. Spalte zeigt AP von Treppenschichten bei gleicher Substrattemperatur ( $T_s = 100^\circ\text{C}$ ), bei denen die Aufdampf-rate von  $0.01 \dots 0.31 \text{ \AA/s}$  variiert. Aufdampfraten der Größenordnung  $0.01 \dots 0.05 \text{ \AA/s}$  werden wir im weiteren als niedrig bezeichnen.

Für kleine Schichtdicken zeigen alle AP eine rasche Abnahme des Substrataugersignals bzw. eine ebensolche Zunahme des Signals des Fe. Im weiteren Verlauf unterscheiden sich jedoch die Formen der AP von Treppenschichten niedriger Substrattemperatur (nach links im Bild) und/oder hoher Aufdampf-rate (nach unten) von solchen mit hohem  $T_s$  und niedrigem  $A$ : Während die einen rasch einem Endwert zustreben, wobei das Cu-Augersignal verschwindet, knickt der Verlauf -insbesondere der des Substratsignals- deutlich ab und zeigt mit zunehmender Schichtdicke eine lineare Ab- bzw. Zunahme. Entsprechend werden im Anschluß zunächst Treppenschichten hoher Aufdampf-rate und niedriger Substrattemperatur -also hoher Übersättigung- besprochen und danach der Übergang zu Proben mit niedriger Übersättigung.

#### 4.2.2. Treppenschichten mit flächenhaftem Wachstum

Wir wollen im folgenden die Proben betrachten, die in Bild 33 (s. S.51) zusammengestellt sind: Es sind alle die Treppenschichten aus Bild 32, deren AP sich durch eine Exponentialfunktion anpassen lassen: Die durch die Meßwerte durchgezogenen Kurven sind die Fits, die aus dieser Anpassung errechnet wurden. Nach Gleichung (10) und (11) (s. 2.3.3.) entspricht dieser Anpassung nach der Gallontheorie die physikalische Vorstellung von einem flächenhaftem Wachstum des Eisens auf der Cu(111)-Unterlage.

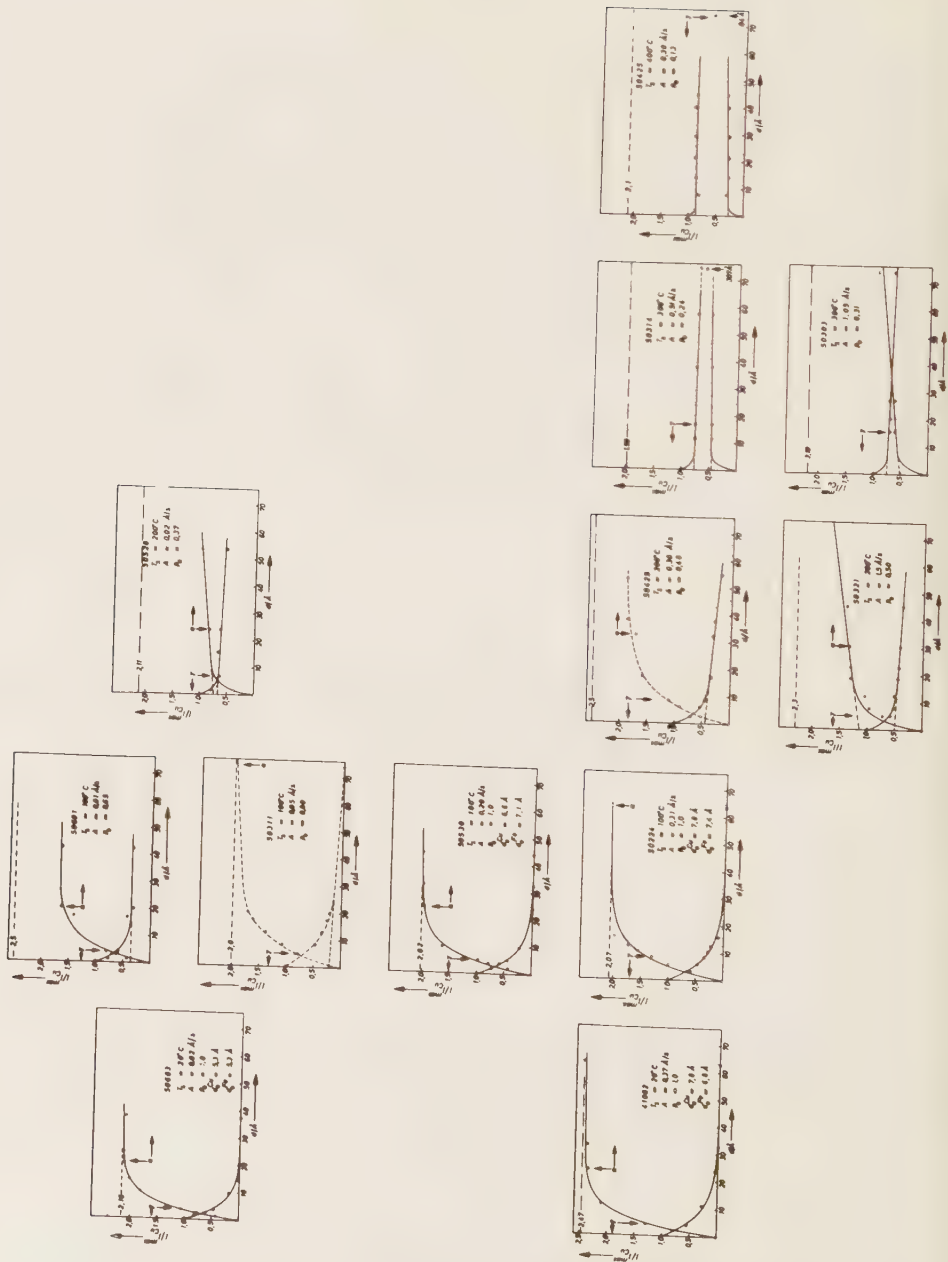
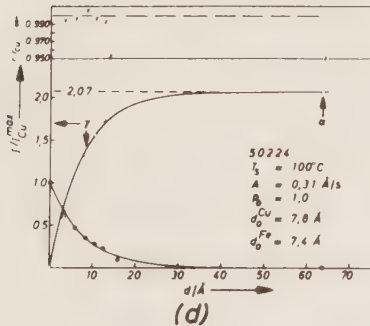
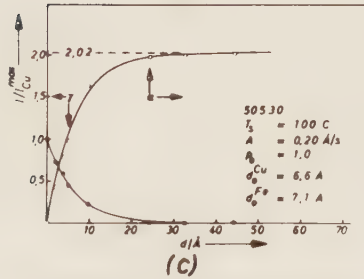
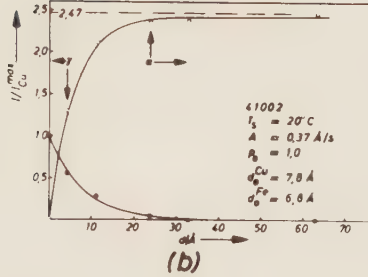
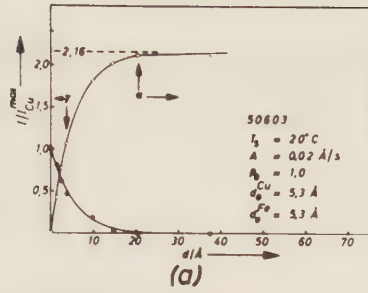


Bild 32 : Repräsentativer Überblick über die Treppenschichten. Anordnung der Augerprofile nach Substrattemperatur  $T_s$  (nach rechts zunehmend) und Aufdampfrate  $A$  (nach oben abnehmend). (Weitere Erläuterungen im Text).



**Bild 33 :** (a) und (b) AP von Treppenschichten mit  $T_s = 20^\circ\text{C}$  und niedrigerer bzw. hoher Aufdampfrate.  
 (c) und (d) AP von Treppenschichten mit  $T_s = 100^\circ\text{C}$  und hoher Aufdampfrate; in (d) sind die Meßergebnisse der relativen Reflexabstände (x) eingetragen (s. oben im Bild).

Dieses Ergebnis an Treppenschichten mit insbesondere  $T_s = 20^\circ\text{C}$  (Bild 33(a) und (b)) ist in guter Übereinstimmung mit JESSER und MATTHEWS [4], die bei Zimmertemperatur ebenfalls flächenhaftes Wachstum fanden.

Aus den Exponenten dieser Fits kann man die Informationstiefen  $d_o^{\text{Fe}}$  der 47 eV-Fe-Augerelektronen und  $d_o^{\text{Cu}}$  der 60 eV-Cu-Augerelektronen im Eisen ermitteln. In den dargestellten Fällen (s. Bild 33) sind sie in die AP eingetragen. Aus allen Proben, an denen wir diese Anpassung vornehmen konnten, haben wir die Werte gemittelt:

$$d_o^{\text{Fe}} = (6.9 \pm 1.1) \text{ \AA}$$

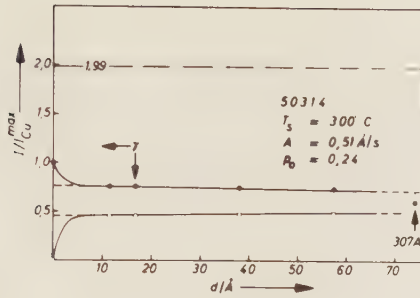
$$d_o^{\text{Cu}} = (6.9 \pm 1.0) \text{ \AA}.$$

Da der Atomabstand in  $\gamma\text{-Fe}(111)$   $2.05 \text{ \AA}$  beträgt, steht diese Informationstiefe der Fe-Augerelektronen im Fe in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen von RIDGWAY und HANEMANN [9], die "drei Atomlagen" angaben, ohne über Struktur und Gitterebene Aussagen zu machen. Jedoch ist unser Ergebnis erstens präziser, weil es ein genaues Maß für  $d_o^{\text{Fe}}$  angibt und zweitens zuverlässiger, da sichergestellt ist, daß der Wert an flächenhaft aufwachsenden Fe-Schichten gewonnen wurde.

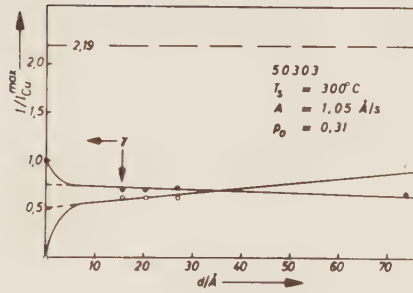
#### 4.2.3. Treppenschichten mit inselhaftem Wachstum

##### 4.2.3.1. Auswertung der AP mit einem Modell

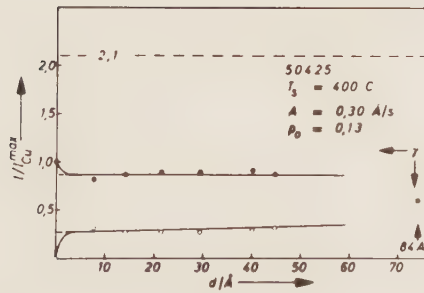
AP von Treppenschichten mit  $T_s = 300^\circ\text{C}$  und  $400^\circ\text{C}$  (s. Bild 34 auf der nächsten Seite) ließen sich nicht mehr durch eine Exponentialfunktion anpassen. Offenbar bedeutet das lineare Verhalten der Augersignale mit zunehmender Schichtdicke, daß sich die Intensitäten gemäß dem Verhältnis Fe-bedeckter zu Fe-unbedeckter Fläche des Substrats verhalten; d.h., daß Inselwachstum vorliegt. Zu diesem Schluß kommt auch J.H. POLLARD [31], der ein ganz ähnliches Aussehen eines AP als "... konsistent mit der Bildung von Inseln, die nur einen kleinen Anteil der Gesamtfläche bedecken", betrachtet. Auch JESSER und MATTHEWS [5] fanden an Fe auf Cu(100) bei  $T_s = 400^\circ\text{C}$  inselhaftes Wachstum vor: Unsere Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung dazu.



(a)



(b)



(c)

Bild 34 : (a) und (b) AP von Treppenschichten mit  $T_s = 300^\circ\text{C}$  und hoher bzw. sehr hoher Aufdampfrate.  
 (c) AP einer Treppenschicht mit  $T_s = 400^\circ\text{C}$  und  $A = 0,3 \text{\AA/s}$ .

Das begründet, warum wir den Einfluß der Inselbildung auf diese AP durch das Modell mit Gleichung (12) und (13) aus 2.3.3. angepaßt haben: Die durchgezogenen Kurven in Bild 34 sind diese Fits. Dabei verwendeten wir in den Gleichungen für  $d_o^K = d_o^{Fe}$  resp.  $d_o^S = d_o^{Fe}$  die oben (s. 4.2.2.) ermittelten Informationstiefen, also  $d_o^{Fe} = 6.9 \text{ \AA}$  und  $d_o^{Cu} = 6.9 \text{ \AA}$ .

Außerdem machten wir für  $p(d)$  den einfachen, linearen Ansatz

$$p(d) = p_o + (1-p_o) d/d_K . \quad (14)$$

Dabei ist  $p_o = p(d=0)$ , also der Flächenanteil der Inseln zu Beginn des Wachstums, und für  $d \rightarrow d_K$  ist  $p(d_K) = 1$ ; d.h., die Schicht ist geschlossen.

Ist der Wert für  $p_o = 1$ , dann ist (unabhängig von  $d$ )  $p \equiv 1$ : Damit gehen die Gleichungen (12) und (13) wieder in (10) und (11) über, beschreiben also die Intensitätsverläufe von flächenhaft wachsenden Schichten. Die Bedeutung von  $p_o$  ist die eines Wachstumsparameters:  $p_o = 1$  bedeutet koaleszentes Wachstum ab  $d = 0$ , also Lagenwachstum. Andererseits bedeutet  $p_o < 1$  Inselwachstum.

In linearer Näherung ergibt (12) wie auch (10)

$$I^K(d) \approx I_{\max}^k \cdot d/d_o^K , \quad (20)$$

d.h., für kleine Schichtdicken wächst die Augerintensität proportional zu  $d$  und die Steigung  $\Delta I^K(d)/\Delta d$  ist unabhängig vom Wachstumsmodus, also für flächenhaftes und inselhaftes Wachstum gleich! Erst bei wachsender mittlerer Dicke  $d$  unterscheiden sich die Augerintensitäten.

Mit diesem Ansatz kann die AES zu einem Hilfsmittel für die Wachstumsanalyse werden. Alle AP, deren Verlauf sich nicht durch eine Exponentialfunktion ( $p_o = 1$ ) anpassen ließen, wurden durch dieses rohe Modell mit (12) und (13) angepaßt. Dies Verfahren funktioniert in vielen Fällen erstaunlich gut: Auf Bild 32 und den folgenden sind diese Fits als durchgezogene Linien in die AP eingetragen; in den Fällen, in denen sich dieses Verfahren nicht durchführen ließ, wurden Ausgleichskurven frei eingetragen (gestrichelte Kurven).

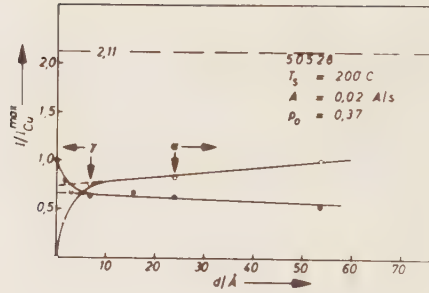
Der Wachstumsparameter  $p_0$  kann durch Extrapolation des linearen Kurventeils gefunden werden (siehe gestrichelte Extrapolationen  $d \rightarrow 0$ ). Mit diesem Wert wurde dann durch ein iteratives Verfahren<sup>1)</sup> aus allen Augerintensitäten der Schicht der  $p_0$ -Wert ermittelt, der unter den Kenndaten jedes AP eingetragen wurde.

Betrachtet man nun Bild 34 unter der Frage, wie ist der Einfluß von Substrattemperatur  $T_s$  und Aufdampfrate A auf das Wachstum, so kann man einmal sagen: mit zunehmender Temperatur von  $T_s = 300^\circ\text{C}$  auf  $400^\circ\text{C}$  und (praktisch) konstanter Aufdampfrate ((a) und (c)) nimmt die Tendenz zur Inselbildung zu. Dies erkennt man einmal qualitativ am Verlauf der AP und zum anderen quantitativ an der Abnahme des Wachstumsparameters  $p_0$  von 0.24 auf 0.13.

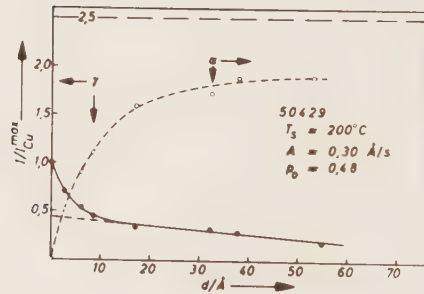
Beachtet man andererseits den Einfluß der Aufdampfrate auf Kurvenform (qualitativ) und Wachstumsparameter (quantitativ) bei konstant gehaltener Temperatur ((a) und (b)), so kann man sagen: mit Zunahme von A sinkt die Tendenz zur Inselbildung;  $p_0$  nimmt von 0.24 auf 0.31 zu.

Ähnlich ist auch diese Feststellung (Einfluß von A) in Bild 35 zu treffen: Hier sind AP von Treppenschichten mit  $T_s = 200^\circ\text{C}$  zusammengestellt; die Aufdampfrate variiert von  $0.02 \text{ Å/s}$  (a) über  $0.3 \text{ Å/s}$  (b) zu  $1.5 \text{ Å/s}$  (c). Mit zunehmender Aufdampfrate wächst  $p_0$  von 0.37 (a) über 0.48 (b) auf 0.5 (c): Die Tendenz zur Inselbildung nimmt ab.

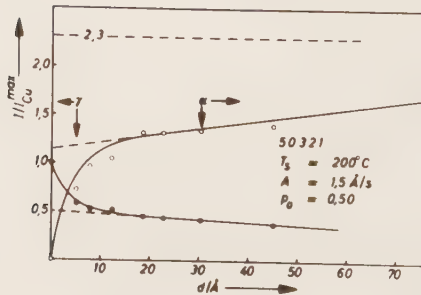
1) Am AP von Fe demonstriert, geht man dabei folgendermaßen vor: Da für kleine d gilt  $p(d) \approx p_0$  und  $I_{\text{Fe}}/I_{\text{Fe}}^{\text{max}} =: i_{\text{Fe}}$  sich dabei exponentiell verhält, kann man schreiben  $i_{\text{Fe}} \approx p(d) - p_0 \exp\{-d/(p_0 d_0^{\text{Fe}})\}$ . Damit gilt  $i_{\text{Fe}} + p_0^* \exp\{-d/(p_0^* d_0^{\text{Fe}})\} =: y(d) = p_0 + (1-p_0) d/d_k$ . Mit einem graphisch extrapolierten  $p_0^*$  beginnend, berechnet man aus  $y(d)$  und d mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate Steigung  $(1-p_0)/d_k$  und Achsenabschnitt  $p_0$ , das solange in den nächsten Iterationsschritt als  $p_0^*$  eingesetzt wird, bis der Wert von  $p_0$  sich reproduziert: Dieses Verfahren konvergiert i.a. rasch.



(a)



(b)



(c)

Bild 35 : AP von Treppenschichten mit  $T_s = 200^\circ\text{C}$  und (a) niedriger, (b) hoher und (c) sehr hoher Aufdampftrate.

#### 4.2.3.2. Übergang zwischen inselhaftem und flächenhaftem Wachstum

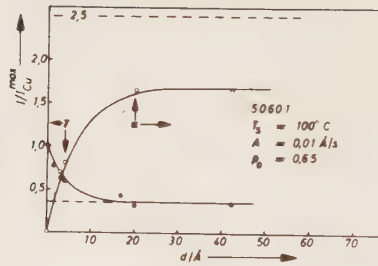
Ein Anstieg der Aufdampfrate fördert das Lagenwachstum. Bei  $T_s = 100^\circ\text{C}$  kann man den Übergang von dem Wachstum von Eiseninseln zum kohärenten Wachstum von Fe auf Cu(111) beobachten, wenn man von niedrigen zu hohen Aufdampfraten übergeht. Dies kann man aus Bild 36 ersehen, in dem die 2. Spalte aus Bild 32 teilweise wiedergegeben ist, d.h. AP mit  $T_s = 100^\circ\text{C}$  und den Aufdampfraten 0.01 Å/s bis 0.2 Å/s.

Steigert man die Aufdampfrate von 0.01 Å/s auf 0.05 Å/s (s. Bild (a) und (b)), so beobachtet man das gleiche wie im vorigen Abschnitt besprochen: die Tendenz zur Inselbildung nimmt ab bzw. zum kohärenten Wachstum zu. Flächenhaft im Wachstum verhält sich Eisen auf Cu(111) bei einer Aufdampfrate von 0.2 Å/s (Bild 36(c)). Entsprechend verhält sich auch der Wachstumsparameter:  $p_0$  wächst von 0.65 über 0.8 auf 1.0.

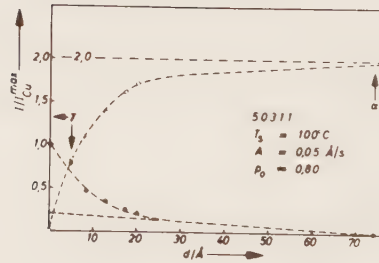
Um den Übergang vom kohärenten Wachstum zum Inselwachstum in Abhängigkeit von der Temperatur zu erfassen, betrachte man zunächst für hohe Aufdampfraten die vorletzte Zeile in Bild 32 (s. S.50): Für  $T_s = 20^\circ\text{C}$  und  $100^\circ\text{C}$  wächst Eisen auf Cu(111) flächenhaft auf:  $p_0 = 1$ . Von  $T_s = 200^\circ\text{C}$  über  $300^\circ\text{C}$  auf  $400^\circ\text{C}$  nimmt  $p_0$  ab von 0.48 über 0.24 auf 0.13. Der Übergang von flächenhaftem zu inselhaftem Wachstum liegt also für hohe Aufdampfraten zwischen  $T_s = 100^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$ .

Geht man zu niedrigen Aufdampfraten über, so kann man den Übergang in der obersten AP-Zeile in Bild 32 studieren: Während für Zimmertemperatur  $p_0 = 1$  ist, sinkt er bei  $T_s = 100^\circ\text{C}$  auf 0.65 und bei  $200^\circ\text{C}$  auf 0.37. Für niedrige Aufdampfraten liegt der Übergang bei tieferer Temperatur, nämlich zwischen  $T_s = 20^\circ$  und  $100^\circ\text{C}$ .

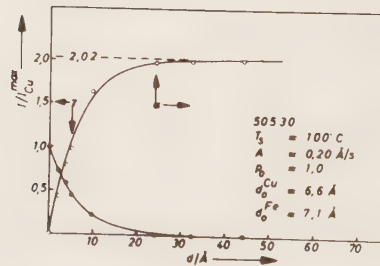
In Tabelle 2 sind alle Wachstumsparameter  $p_0$  aller Schichten aus Bild 32 zusammengestellt.



(a)



(b)



(c)

Bild 36 : AP von Treppenschichten mit  $T_s = 100^\circ C$  und (a) und (b) niedriger und (c) hoher Aufdampfrate.

Tabelle 2

| $A/\text{\AA s}^{-1}$ | $T_s/^{\circ}\text{C}$ | 20  | 100  | 200  | 300  | 400  |
|-----------------------|------------------------|-----|------|------|------|------|
| 0.01                  |                        |     | 0.65 |      |      |      |
| 0.02                  |                        | 1.0 |      | 0.37 |      |      |
| 0.05                  |                        |     | 0.8  |      |      |      |
| 0.2                   |                        |     | 1.0  |      |      |      |
| 0.3                   |                        |     | 1.0  | 0.48 |      | 0.13 |
| 0.4                   |                        | 1.0 |      |      |      |      |
| 0.5                   |                        |     |      |      | 0.24 |      |
| 1.05                  |                        |     |      |      | 0.31 |      |
| 1.5                   |                        |     |      | 0.5  |      |      |

#### 4.2.3.3. Keilschichten

Die Keilschichten wurden von uns in erster Linie präpariert, um einen Überblick über die Aufwachsmöglichkeiten in Abhängigkeit von der Substrattemperatur zu erhalten; sie wurden gemäß den experimentellen Bedingungen von JESSER und MATTHEWS [4,5] hergestellt. Das Studium der vollständigen Pseudomorphie von  $\gamma$ -Fe auf Cu(111) war der wichtigste Aspekt für uns, diese Schichten zu diskutieren (s. 4.1.); denn dieses Verhalten von Fe auf Cu hängt i.wes. von der Substrattemperatur ab.

Anders verhält es sich, wenn man das Wachstum von Fe auf Cu(111) untersuchen will, das -wie wir gezeigt haben- außerdem noch von der Aufdampfrate abhängt: Mit der Längsachse der Keile wächst nicht nur die Schichtdicke, sondern auch die Aufdampfrate. Damit stellen die Keilschichten für die Wachstumsanalyse einen komplizierteren Fall dar<sup>1)</sup>.

In Bild 37 (s. nächste Seite) sind repräsentative Beispiele für die Substrattemperaturen  $T_s = 20^{\circ}\text{C}$  (a),  $100^{\circ}\text{C}$  (b) und  $200^{\circ}\text{C}$  (c) dargestellt<sup>2)</sup>. Die durchgezogenen Kurven sind hier frei eingetragen. Charakteristisch und allen Proben gemeinsam ist der konstante

<sup>1)</sup> Das war auch der Grund für die Präparation der Treppenschichten.

<sup>2)</sup> Diese Proben wurden im Rahmen eines Tagungsvortrags [32] bereits vorgestellt.

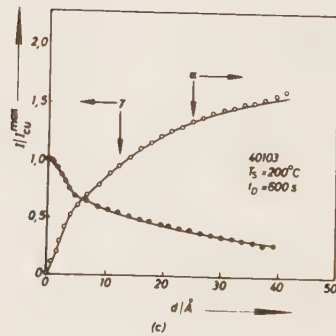
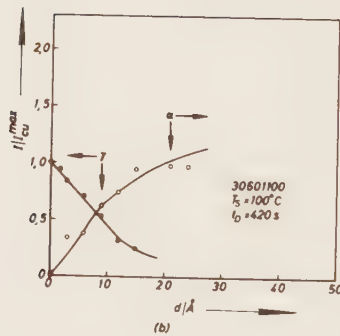
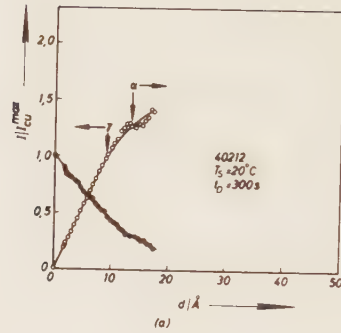


Bild 37 : AP von Keilschichten: (a)  $T_s = 20^\circ\text{C}$ , (b)  $T_s = 100^\circ\text{C}$  und (c)  $T_s = 200^\circ\text{C}$ . (Die AP wurden im Rahmen eines Tagungsvortrags [32] vorgestellt.) Kurven frei eingetragen.

Anstieg (resp. Abfall) der Augersignalhöhen im Bereich weniger Å Schichtdicke. Wie oben diskutiert (4.2.3.1.), paßt dies Verhalten unabhängig vom Wachstum zu unserem Modell Gleichungen (12)-(14). Für die Steigungen  $\Delta I^{\text{Cu}}(d)/\Delta d$  ergibt sich hier in allen drei Fällen an den Cu-AP ein nahezu gleicher Wert (im Mittel  $1/d_0^{\text{Cu}} = 1/16.7 \text{ Å}$ ), der größer ist, als man ihn aus  $d_0^{\text{Cu}}$  erwarten würde (s. Gleichung (20)). Dies läßt überall auf ein inselhaftes Wachstum schließen. Hier reicht also unser Modell nicht mehr aus.

Wie wir an inselhaften Schichten gesehen haben (s. 4.2.3.1.), knicken alle AP mit zunehmender Schichtdicke ab. Auch dies ist an allen Keilschichten zu beobachten. Jedoch stellen wir nicht ein fortan lineares Verhalten fest. Das kann man nach unseren Erfahrungen nicht erwarten, da mit zunehmender Schichtdicke auch die Aufdampftrate wächst und somit, wie wir gesehen haben (4.2.3.2.), die Tendenz zum flächenhaften Wachstum, und damit die Augerintensitäten zunehmen. Auch der Verlauf für große Schichtdicken steht im Einklang mit den Erfahrungen aus den Treppenschichten.

Betrachtet man abschließend das Sättigungsverhalten in Abhängigkeit von der Temperatur, so kann hier -wie auch schon an den Treppenschichten- beobachten, daß die Koaleszenz der Eisen-schichten mit zunehmender Temperatur erst bei größeren Schichtdicken in Erscheinung tritt.

Insgesamt können wir sagen, daß wir das Verhalten der Augerintensität in Abhängigkeit von der Schichtdicke  $d$  bei Keilschichten mit den an Treppenschichten gewonnenen Erfahrungen verstehen können und daß diese nicht im Widerspruch dazu sind. Diese Erfahrungen besagen, daß Fe auf Cu(111) eine zunehmende Tendenz zum flächenhaftem Wachstum hat, wenn man die Substrattemperatur erniedrigt und/oder die Aufdampftrate erhöht; die Tendenz zum inselhaften Wachstum nimmt zu bei Steigerung der Substrattemperatur und/oder Erniedrigung der Aufdampftrate.

## 5. Diskussion: AES-Ergebnisse aus der Sicht der Markov-Theorie

Aus Tabelle 2 (s. 4.2.3.2.) sieht man, daß der Strukturparameter  $p_o$  kleiner wird, wenn die Substrattemperatur  $T_s$  erhöht und/oder die Aufdampfrate  $A$  erniedrigt wird. Das kann der Theorie nach MARKOV [2] gegenübergestellt werden. Nach ihm erwartet man bei positiver Ober- bzw. Grenzflächenenergieänderung (s. Gl.(7)) Insel- bzw. Lagenwachstum, wenn

$$\sigma_S \leq \sigma_K + \sigma_G - \Delta\mu/2\delta^2 \quad (5)$$

ist. Dabei war  $\Delta\mu$  gegeben als

$$\Delta\mu = k_B T_s \ln S \quad (4)$$

mit  $S := p_A/p_S(T_s)$ .

Es soll nun das  $\Delta\mu_{Cr}$  aus der Berechnung von  $\Delta\mu$  und dem Auftrag  $p_o(\Delta\mu/2\delta^2)$  bestimmt werden.

Für die Berechnung von  $\Delta\mu_{Cr}$  benötigt man außer der Substrattemperatur den Sättigungsdampfdruck

$$p_s(T_s) = p^o \cdot \exp(-\Delta H/k_B T_s) \quad (21)$$

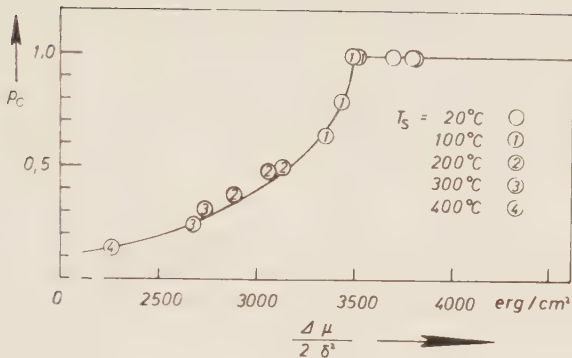
wobei  $\Delta H$  die Verdampfungsenthalpie ist, und den Dampfdruck  $p_A$ , der infolge des aufdampfenden Fe entsteht.  $p_s(T_s)$  wurde der Literatur [33] entnommen (durch graphische Extrapolation);  $p_A$  wurde nach einer Formel von DUSHMAN [34] berechnet: Die für unseren Zweck zugeschnittene Größengleichung lautet

$$p_A/\text{Torr} = \sqrt{T_s/K} \cdot 18.06 \cdot 10^{-8} \cdot A/(\text{\AA}/s^{-1}). \quad (22)$$

Auf diese Weise wurde für jede Treppenschicht ein  $\Delta\mu/2\delta^2$  <sup>1)</sup> berechnet. Trägt man die zugehörigen  $p_o$ -Werte gegen jene auf, kommt man zu Bild 38.

---

1)  $\delta^2 = 5.66 \text{ \AA}^2$



**Bild 38** : Wachstumsparameter  $p_0$  in Abhängigkeit von der Übersättigungsdichte  $\Delta\mu/2\delta^2$ .

Es ergibt sich: Für Übersättigungen von größer als  $3460 \text{ erg/cm}^2$  bleibt  $p_0 = 1$  konstant, ein Kennzeichen für Lagenwachstum. Für kleinere Übersättigungen nimmt  $p_0$  monoton mit  $\Delta\mu/2\delta^2$  ab.

Nach Markovs Überlegungen muß dieser Wert der kritischen Übersättigung entsprechen:

$$\Delta\mu_{Cr} = 3.9 \cdot 10^{-12} \text{ erg.}$$

Mit diesem Wert kann man nun die Grenzflächenenergie des Systems Fe auf Cu(111) mit Gl.(5) berechnen:

$$\sigma_G = 2680 \text{ erg/cm}^2.$$

Vergleicht man diesen Wert mit  $\sigma_G = 600 \text{ erg/cm}^2$ , zitiert nach JESSER und MATTHEWS [5], so ist der Unterschied beträchtlich, wobei das hier gefundene  $\sigma_G$  sehr hoch liegt.

Hier muß man zunächst berücksichtigen, daß die Werte für  $\sigma_{Fe}$  und  $\sigma_{Cu}$  am Schmelzpunkt, also bei  $T \approx 1400^\circ\text{C}$  bzw.  $1030^\circ\text{C}$ , gemessen

wurden, während das von uns gefundene  $\sigma_G$  für eine tiefere Temperatur ( $100^{\circ}\text{C}$ ) ermittelt wurde. Der Unterschied der Werte für  $\sigma_G$  könnte die Ursache in der Temperaturabhängigkeit der Oberflächenenergien haben.

An dieser Stelle möchte ich all denen danken, die mich bei meiner Arbeit unterstützt haben. Mein besonderer Dank gilt dabei Herrn Prof. Dr. U. Gradmann für sein Interesse am Fortgang der Arbeit und viele anregende Diskussionen.

Mein Dank gilt außerdem der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die diese Arbeit durch Personal- und Sachbeihilfe unterstützt hat.

Literaturverzeichnis:

- [1] E. Bauer, Z.Kristallogr. 10, 372, 395 (1958)
- [2] I. Markov und R. Kaischew, Prepr. 1975, erscheint in  
Kristall und Technik
- [3] H. Koritke, Z.Naturf. 16a, 531 (1961)
- [4] W.A. Jesser und G.W. Matthews, Phil.Mag. 15, 1097 (1967)
- [5] W.A. Jesser und G.W. Matthews, Phil.Mag. 17, 595 (1968)
- [6] J.G. Wright, Phil.Mag. 24, 217 (1971)
- [7] T.E. Gallon, Surf.Sci. 17, 486 (1969)
- [8] D.C. Jackson, T.E. Gallon and E. Chambers,  
Surf.Sci. 36, 381 (1973)
- [9] J.W.T. Ridgway und D. Hanemann, Surf.Sci. 24, 451 (1971)
- [10] H.G. Schneider (Hrsg.), Epitaxie Endotaxie, Leipzig 1969  
S.153
- [11] G.E.R. Schulze, Metallphysik, Berlin 1967, S.425
- [12] J.B. Newkirk, Trans. AIM Met.Petrol. E211, 1214 (1957)
- [13] Z.S. Basinski, W. Hume-Rothery, F. Ris und A.L. Sutton,  
Proc.Roy.Soc. 229, 459 (1955)
- [14] C.T. Horng und R.W. Vook, J.Vac.Sci.Technol. 11, 140 (1974)
- [15] D.G. Lord und M. Prutton, Thin Solid Films 21, 341 (1974)
- [16] H. Udin, A.J. Schaler und J. Wulff, Trans.Metall.Soc.  
AIME 185, 186 (1949)

- [17] A.T. Price, H.A. Holl und H.P. Greenough, Act.Met. 12,49 (1964)
- [18] R.A. Swalin, Thermodynamics of Solids, New York 1962, S.211
- [19] E. Bauer, Z.Metallkde, 63, 437 (1972)
- [20] P.W. Palmberg und T.N. Rhodin, J.Appl.Phys. 39, 2425 (1968)
- [21] M.P. Seah, Surf.Sci. 32, 703 (1972)
- [22] J.T. Grant und T.W. Haas, Surf.Sci. 44, 617 (1974)
- [23] Vacuum Generators, Surface Physics Catalogue: VG Technical Informations, Ref.No.01.702-01.726, East Grinstead/England, 1969
- [24] L.H. Jenkins und M.F. Chung, Surf.Sci. 26, 151 (1971)
- [25] K. Reichelt, Surf.Sci. 36, 725 (1973)
- [26] U. Gradmann, Appl.Phys. 3, 161 (1974)
- [27] U. Gradmann, Phys.Condens.Mat. 3, 91 (1964)
- [28] K. Salewski, Diplomarbeit Marburg (1971)
- [29] F. Wehking, Diplomarbeit Clausthal (1971)
- [30] C.C. Chang, Surf.Sci. 25, 53 (1971)
- [31] J.H. Pollard, Surf.Sci. 20, 269 (1970)
- [32] P. Tillmanns, U. Gradmann und W. Kümmerle, Vortrag DECHEMA, Frankfurt Juni 1974
- [33] M.v. Ardenne, Tabellen der Elektronenphysik, Ionenphysik und Übermikroskopie, Vol.II, 637 Berlin 1956
- [34] S. Dushman, Scient.Found.of Vacuum Techn. New York 1949, 17ff
- [35] U. Gradmann, W. Kümmerle, P. Tillmanns, Thin Sol.Films 34,249 (1976)

# Anhang: Zusammenstellung aller Meßdaten der Treppenschichten

Im Folgenden sind alle Meßdaten der im Text besprochenen Treppenschichten zusammengestellt, geordnet nach ihrer Kennnummer. Im Kopf stehen allgemeine Daten der Präparation und für die Schichtdickenbestimmung; im Raster Daten zur Präparation, AES- und LEED-Analyse, spezifiziert für jede Stufe. Darunter allgemeine Daten zur AES-Analyse.

Zu den Bezeichnungen im einzelnen:

- $D_{R\ddot{o}}$  =  $(R_V/R_{Obj})^2 \cdot m_{R\ddot{o}}/A_V \rho_{Fe}) = \sum d_j$ , die Gesamtschichtdicke aller Stufen auf einem Objekt (s. S.37), gemessen mit Röntgenfluoreszenz am Eichglas (s. Bild 18 und 19). Der Fehler beträgt ca. 5%.
- $D_{ma}$  das Gleiche wie  $D_{R\ddot{o}}$ ,  $m_{mag}/A_V$  wird hier über die Magnetisierung des Fe auf dem Vergleichsglas (s. S.38) bestimmt.
- $d_{Cu}$  . Gesamte Cu-Dicke (Substrat und Abdeckung), aus Röntgenfluoreszenz ermittelt ( $m/A\rho_{Cu}$ ).
- $\Delta f_i$  Änderung der Differenzfrequenz  $f_d$ , während der Präparation einer Stufe (s. 3.3.4. und Bild 21). Der Fehler beträgt ca. 3%.
- $d_{R\ddot{o},f}$  =  $(D_{R\ddot{o}}/\sum \Delta f_j) \cdot \Delta f_i$ . Die Fehlerangabe bezieht sich auf den Vergleich mit  $d_{R\ddot{o},t}$  (s.d.): Der Fehler gibt die prozentuale Abweichung vom Mittelwert der beiden an.
- $d_{R\ddot{o},t}$  =  $(D_{R\ddot{o}}/\sum t_j) t_i$ , wobei  $t$  die Dampfzeit ist. Wird nur angegeben, soweit Heizdaten des Ofens während der ganzen Präparation konstant blieben: Dann dient es der Kontrolle von  $d_{R\ddot{o},f}$ . Das letztere wird als "Schichtdicke" benutzt.

- $I_{Fe}/I_{Cu}^{max}$  die auf die Cu normierte Fe-Augerintensität in Abhängigkeit von der Schichtdicke. Sie wurde aus 3 Meßwerten (s. Bild 30 und 31) gemittelt.
- $I_{Cu}/I_{Cu}^{max}$  wie vorstehend, für die Cu-Augerintensität.
- $I_{Cu}^{max}$  gibt den (korrigierten) Spitze-Spitze-Abstand (in Millimeter) der Augerintensität der freien Cu-Oberflächen an (s. Bild 30).
- $I_{Fe}^{max}/I_{Cu}^{max}$  ist der Sättigungswert der Fe-Augerintensität (auf  $I_{Cu}^{max}$  normiert), also der Wert für unendlich dicke Fe-Schichten. An inselhaften Schichten wurde er mit den Intensitäten aus dem linearen Teil der AP nach der Formel  $I_{Fe}^{max}/I_{Cu}^{max} = (I_{Fe}(d)/I_{Cu}^{max})/(1-I_{Cu}(d)/I_{Cu}^{max})$  gemittelt.
- $d_o^{Fe}, d_o^{Cu}$  Informationstiefen der Fe- bzw. Cu-Augerelektronen im Eisen. Bei den inselhaften Schichten wurden überall die gemittelten Werte (s. S.52) eingesetzt.
- $p_o, d_K$  Wachstumsparameter und Koaleszenzschichtdicke ermittelt bei flächenhaften Schichten aus dem Exponentialfit; bei den inselhaften Schichten aus einem iterativen Verfahren (s. S.55).

Präparationsdatum 2. Okt. 74.. Aufbewahrungskasten 11. alt.....

Substrattemperatur  $T_s = \dots 20^\circ\text{C}$  Aufdampfrate  $0,37 \text{ \AA/s}$   $D_{R\ddot{O}} = 326,9 \text{ \AA}^2/\text{s}$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = \dots 9,6 \text{ Hz/\AA}$   
 Restgasdruck  $\dots < p/10^{-8} \text{ Torr}$   $0,3$   $\sum \Delta f_j = 3140 \text{ Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{ \AA}^2/\text{s}$   $d_{Cu} = \dots \text{ \AA}$

| Stufen<br>Nr | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | Präparation                  |         |         | $d_{R\ddot{O},t}/\text{\AA}$ | AES                          |                              | 1fd.Nr. | LEED      |            |
|--------------|------------------------|------------------------------|---------|---------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|---------|-----------|------------|
|              |                        | $d_{R\ddot{O},f}/\text{\AA}$ | $\pm\%$ | $\pm\%$ |                              | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ |         | Refl.Type | $r/r_{Cu}$ |
| 1            | 937                    | 97.3                         | 7       |         | 107.1                        | 2.467                        | 0.000                        | 3-5     | $\alpha$  | 0.932      |
| 2            | 606                    | 62.9                         | 2       |         | 64.3                         | 2.467                        | 0.000                        | 16-18   | $\alpha$  | 0.976      |
| 3            | 403                    | 41.8                         | 2       |         | 42.8                         | 2.333                        | 0.000                        | 20-22   | $\alpha$  | 0.975      |
| 4            | 315                    | 32.7                         | 1       |         | 32.1                         | 2.383                        | 0.000                        | 24-26   | $\alpha$  | 0.976      |
| 5            | 228                    | 23.7                         | 4       |         | 22.5                         | 2.367                        | 0.050                        | 28-30   | $\alpha$  | 0.941      |
| 6            | 108                    | 11.2                         | 3       |         | 10.7                         | 2.117                        | 0.283                        | 32-34   | $\alpha$  | 0.957      |
| 7            | 40                     | 4.2                          | 11      |         | 3.6                          | 1.300                        | 0.550                        | 36-38   | $\gamma$  | 0.985      |
| 8            | 503                    | 52.2                         | 2       |         | 53.6                         | 2.133                        | 0.167                        | 41+42   | $\alpha$  | 0.918      |

$I_{Cu}^{max} = 60 \text{ willk.E.}$   $d_{Cu} = 6.8 \text{ \AA}$   $p_O = \dots 1.$   
 $I_{Fe}^{max} / I_{Cu}^{max} = 2.467$   $d_{Cu} = 7.8 \text{ \AA}$   $d_k = \dots \text{ \AA}$

Bemerkungen: +) hier wurde keine Cu-Schichtdicke  
vermessen.

$$\begin{aligned} i_{\text{Cu}}^{\text{max}} &= 52. \text{ willk. E. } d_{\text{O}}^{\text{Fe}} = 8.6. \lambda p_{\text{O}} = 1. \dots \\ i_{\text{Cu}}^{\text{max}} / i_{\text{Cu}}^{\text{max}} &= 1.82. \dots d_{\text{O}}^{\text{Cu}} = 7.4. \lambda d_{\text{K}}^{\text{Fe}} = \dots \dots \dots \lambda \end{aligned}$$

Präparationsdatum 24. Feb. 75 Aufbewahrungskasten 18 alt

Substrattemperatur  $T_s = 100^\circ\text{C}$  Aufdampfrate  $0.3 \text{ Å/s}$   $D_{R\ddot{O}} = 117.9 \text{ Å}^2 \cdot \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = 7.59 \text{ Hz/Å}$   
Restgasdruck  $0.18 \times 10^{-8} \text{ Torr}$   $0.35$   $\sum \Delta f_j = 895 \text{ Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{ Å}^2 \cdot \%$   $d_{Cu} = \dots 5175 \dots \text{ Å}$

| Stufen<br>Nr | Präparation              |          |                               | AES      |                         | Ifd.Nr.                 | LEED              |              |
|--------------|--------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------|-------------------------|-------------------|--------------|
|              | $\Delta f_i / \text{Hz}$ | $\pm \%$ | $d_{R\ddot{O}, f} / \text{Å}$ | $\pm \%$ | $I_{Fe} / I_{Cu}^{max}$ | $I_{Cu} / I_{Cu}^{max}$ | Refl. Typ         | $r / r_{Cu}$ |
| 1            | 105                      | 3        | 13.8                          |          | 1.990                   | 0.091                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma + \alpha$ | 0.953        |
| 2            | 95                       | 3        | 12.5                          | 1        | 1.727                   | 0.227                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma + \alpha$ | 0.993        |
| 3            | 80                       | 3        | 10.5                          | 4        | 1.545                   | 0.284                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma + \alpha$ | 0.997        |
| 4            | 64                       | 3        | 8.4                           | 9        | 1.295                   | 0.352                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma$          | 1.006        |
| 5            | 45                       | 3        | 5.9                           | 13       | 0.989                   | 0.466                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma$          | 0.997        |
| 6            | 25                       | 3        | 3.3                           | 20       | 0.591                   | 0.659                   |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\gamma$          | 0.994        |
| 7            | 481                      | 3        | 63.4                          | 1        | 2.068                   | 0                       |                   |              |
|              |                          |          |                               |          |                         |                         | $\alpha$          | 0.950        |
| 8            |                          |          |                               |          |                         |                         |                   |              |

$I_{Cu}^{max} = 88$  willk.E.  $d_{O}^{Fe} = 7.4 \text{ Å}$   $p_O = 1 \dots$  Bemerkungen:

$I_{Fe}^{max} / I_{Cu}^{max} = 2.068$   $d_{Cu}^{Fe} = 7.8 \text{ Å}$   $d_k = \dots \text{ Å}$

# Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50303.

Präparationsdatum 3. März 75. Aufbewahrungskasten 02. alt. ....

Substrattemperatur  $T_s = 300^\circ\text{C}$       Aufdampftrate  $1.05 \text{ Å/s}$        $D_{\text{Rö}} = 481.1 \text{ Å} \pm 5 \text{ Å}$        $\sum \Delta f_j / D_{\text{Rö}} = \dots 7.7 \text{ Hz/Å}$   
 Restgasdruck  $0.4 \times 10^{-8} \text{ Torr}$        $\sum \Delta f_j = 3699 \text{ Hz}$        $D_{\text{ma}} = \dots \text{Å} \pm \dots \text{Å}$        $d_{\text{Cu}} = 11.300 \dots \text{Å}$

| Stufen<br>Nr | Präparation            |         |                              |         | AES                          |                                            | 1fd.Nr. | LEED<br>Refl. Typ         | $r/r_{\text{Cu}}$ |
|--------------|------------------------|---------|------------------------------|---------|------------------------------|--------------------------------------------|---------|---------------------------|-------------------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | $\pm\%$ | $d_{\text{Rö},f}/\text{\AA}$ | $\pm\%$ | $d_{\text{Rö},t}/\text{\AA}$ | $I_{\text{Fe}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}}$ |         |                           |                   |
| 1            | 568                    | 3       | 73.9                         | 5       |                              | 0.951                                      | 0.656   | $\alpha+\gamma+\text{Cu}$ | 0.964             |
| 2            | 1689                   |         | 219.7                        |         |                              | 1.066                                      | 0.754   | $\alpha$                  | 0.954             |
| 3            | 679                    |         | 88.3                         |         |                              | 0.934                                      | 0.459   | $\gamma+\alpha+\text{Cu}$ | 0.944             |
| 4            | 207                    |         | 26.9                         |         |                              | 0.623                                      | 0.721   | $\alpha+\gamma$           |                   |
| 5            | 157                    |         | 20.4                         |         |                              | 0.623                                      | 0.705   | $\alpha+\gamma$           |                   |
| 6            | 119                    |         | 15.5                         |         |                              | 0.623                                      | 0.705   | $\gamma$                  |                   |
| 7            | 280                    |         | 36.4                         |         |                              | 0.967                                      | 0.803   | $\alpha+\gamma$           |                   |
| 8            |                        |         |                              |         |                              |                                            |         |                           |                   |

Bemerkungen:

$I_{\text{Cu}}^{\text{max}} = 61 \text{ willk. E.}$        $d_{\text{O}}^{\text{Fe}} = 6.9 \text{ Å}$        $p_{\text{O}} = 0.31$   
 $I_{\text{Fe}}^{\text{max}} / I_{\text{Cu}}^{\text{max}} = 2.19 \dots$        $d_{\text{O}}^{\text{Cu}} = 6.9 \text{ Å}$        $d_k = 548 \dots \text{Å}$

Präparationsdatum 11. März 75. Aufbewahrungskasten 17. alt.....

Substrattemperatur  $T_s = 100.^\circ\text{C}$  Aufdampfprate  $0,05 \text{ \AA}/\text{s}$   $D_{R\ddot{O}} = 166,3 \text{ \AA} \pm 0,5 \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = 7,76 \text{ Hz}/\text{\AA}$   
 Restgasdruck  $\dots < p / 10^{-8} \text{ Torr} < 0,2$   $\sum \Delta f_j = 1290 \text{ Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{ \AA} \pm \dots \%$   $d_{Cu} = 0,8037 \dots \text{ \AA}$

| Stufen<br>Nr | Präparation            |                              |         |                              | AES                          |                              | LEED       |                 |            |
|--------------|------------------------|------------------------------|---------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------|-----------------|------------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | $d_{R\ddot{O},f}/\text{\AA}$ | $\pm\%$ | $d_{R\ddot{O},t}/\text{\AA}$ | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | 1fd.Nr.    | Refl. Typ       | $r/r_{Cu}$ |
| 1            | 184                    | 3                            | 23.7    | 5                            | 1.884                        | 0.000                        | 7-9<br>3-5 | $\alpha$        |            |
| 2            | 156                    |                              | 20.1    |                              | 1.716                        | 0.216                        | 13-15      | $\alpha+\gamma$ |            |
| 3            | 134                    |                              | 17.3    |                              | 1.616                        | 0.262                        | 17-19      | $\alpha+\gamma$ |            |
| 4            | 99                     |                              | 12.8    |                              | 1.383                        | 0.350                        | 22-24      | $\alpha+\gamma$ |            |
| 5            | 64                     |                              | 8.2     |                              | 1.074                        | 0.466                        | 27-29      | $\alpha+\gamma$ |            |
| 6            | 37                     |                              | 4.8     |                              | 0.833                        | 0.788                        | 31-33      | $\gamma$        |            |
| 7            | 611                    |                              | 78.7    |                              | 1.960                        | 0.000                        | 36-40      | $\alpha$        |            |
| 8            |                        |                              |         |                              |                              |                              |            |                 |            |

Bemerkungen:

$I_{Cu}^{\max} = 58 \dots \text{ willk.E.}$   $d_{O}^{Fe} = 6.9 \text{ \AA}$   $p_O = 0.80$   
 $I_{Fe}^{\max} / I_{Cu}^{\max} = 1.960$   $d_{Cu} = 6.9 \text{ \AA}$   $d_k = 78.6 \dots \text{ \AA}$

Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50314..

Präparationsdatum 14. März 75. Aufbewahrungskasten 04...neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 300.^\circ\text{C}$  Aufdampftrate  $0.51\text{Å/s}$   $D_{R\ddot{O}} = 941.5\text{Å} \pm 5. \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = 7.84. \text{Hz/Å}$   
Restgasdruck  $\dots < p / 10^{-8} \text{Torr} < 0.2$   $\sum \Delta f_j = 7386 \text{Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{Å} \pm \dots \%$   $d_{Cu} = 9107. \dots \text{Å}$

| Stufen<br>Nr | Präparation              |          |                               | AES      |                         | lfd.Nr.                 | LEED           |                                  |
|--------------|--------------------------|----------|-------------------------------|----------|-------------------------|-------------------------|----------------|----------------------------------|
|              | $\Delta f_i / \text{Hz}$ | $\pm \%$ | $d_{R\ddot{O}, f} / \text{Å}$ | $\pm \%$ | $I_{Fe} / I_{Cu}^{max}$ | $I_{Cu} / I_{Cu}^{max}$ | Refl. Typ      | $r / r_{Cu}$                     |
| 1            | 2469                     | 3        | 314.9                         | 2        | 0.678                   | 0.661                   | 3-5            | $\alpha + \gamma \rightarrow Cu$ |
| 2            | 1545                     |          | 197.1                         | 3        | 0.898                   | 0.593                   | 8-10           | $\alpha + \gamma \rightarrow Cu$ |
| 3            | 296                      |          | 37.8                          | 7        | 0.492                   | 0.746                   | 12-14          | $\alpha + \gamma$                |
| 4            | 444                      |          | 56.6                          | 7        | 0.525                   | 0.746                   | 16-18          | $\alpha + \gamma$                |
| 5            | 131                      |          | 16.7                          | 7        | 0.458                   | 0.763                   | 20-22          | $\gamma$                         |
| 6            | 90                       |          | 11.5                          | 5        | 0.458                   | 0.763                   | 23+24<br>54+55 | $\gamma$                         |
| 7            | 2411                     |          | 307.5                         | 6        | 0.695                   | 0.610                   | 29<br>56+57    | $\alpha + \gamma \rightarrow Cu$ |
| 8            |                          |          |                               |          |                         |                         |                |                                  |

Bemerkungen:

$I_{Cu}^{max} = 59. \dots \text{willk.E.}$   $d_{O}^{Fe} = 6.9. \text{Å}$   $p_O = 0.24$   
 $I_{Fe}^{max} = 1.991. \dots$   $d_{Cu}^{Cu} = 6.9. \text{Å}$   $d_k^{d_k} = 1645. \text{Å}$

Substrattemperatur  $T_s = 200.^\circ\text{C}$       Aufdampfrate  $1.5 \text{ \AA/s}$        $D_{RO} = 142.5 \text{ \AA} \dots \%$        $\sum \Delta f_j / D_{RO} = 7.42 \text{ Hz/\AA}$   
Restgasdruck  $\dots < p/10^{-8} \text{ Torr} < 0.3$        $\sum \Delta f_j = 1058 \text{ Hz}$        $D_{ma} = \dots \text{ \AA} \dots \%$        $d_{Cu} = \dots 6353 \dots \text{ \AA}$

| Stufen<br>Nr | Präparation            |                              |         | AES                          |                              | LEED                         |         |                 |            |
|--------------|------------------------|------------------------------|---------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|---------|-----------------|------------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | $d_{R\ddot{o},f}/\text{\AA}$ | $\pm\%$ | $d_{R\ddot{o},t}/\text{\AA}$ | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | 1fd.Nr. | Refl.Type       | $r/r_{Cu}$ |
| 1            | 226                    | 30.4                         | 2       | 29.6                         | 1.350                        | 0.417                        | 3-5     | $\alpha$        |            |
| 2            | 92                     | 12.4                         | 7       | 11.3                         | 1.050                        | 0.517                        | 8-10    | $\alpha+\gamma$ |            |
| 3            | 59                     | 7.9                          | 16      | 9.9                          | 0.967                        | 0.533                        | 13+14   | $\alpha+\gamma$ |            |
| 4            | 169                    | 22.8                         | 1       | 22.6                         | 1.317                        | 0.453                        | 17-19   | $\alpha+\gamma$ |            |
| 5            | 139                    | 18.7                         | 4       | 19.8                         | 1.317                        | 0.450                        | 23+24   | $\alpha+\gamma$ |            |
| 6            | 38                     | 5.1                          | 14      | 4.2                          | 0.733                        | 0.583                        | 28+29   | $\gamma$        |            |
| 7            | 335                    | 45.1                         | 0,2     | 45.2                         | 1.400                        | 0.383                        | 31-33   | $\alpha$        |            |
| 8            |                        |                              |         |                              |                              |                              |         |                 |            |

$I_{Cu}^{max} = 60 \text{ willk.E.}$        $d_{O}^{Fe} = 6.9 \text{ \AA}$        $p_O = 0.5$   
 $I_{Fe}^{max} / I_{Cu}^{max} = 2.325$        $d_{Cu}^{Cu} = 6.9 \text{ \AA}$        $d_k = 187 \dots \text{ \AA}$

Bemerkungen:

# Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50425.

Präparationsdatum 25. Apr. 75 Aufbewahrungskasten 02. neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 400.0^\circ\text{C}$  Aufdampfrate  $0.30\text{Å/s}$   $D_{R\ddot{o}} = 241.8\text{Å} \dots \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{o}} = 9.31\text{Hz/Å}$   
 Restgasdruck  $0.4 \cdot 10^{-8} \text{Torr}$   $\sum \Delta f_j = 2251 \text{Hz}$   $D_{ma} = 250.3\text{Å} \dots \%$   $d_{Cu} = 1.626, 5 \dots \text{Å}$

| Stufen<br>Nr | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | Präparation |                              |         | AES                          |                              | lfd.Nr. | LEED      |            |  |
|--------------|------------------------|-------------|------------------------------|---------|------------------------------|------------------------------|---------|-----------|------------|--|
|              |                        | $\pm\%$     | $d_{R\ddot{o},f}/\text{\AA}$ | $\pm\%$ | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ |         | Refl.Type | $r/r_{Cu}$ |  |
| 1            | 416                    | 3           | 44.7                         | 20      | 59.2                         | 0.317                        | 0.883   | +         | Y          |  |
| 2            | 373                    |             | 40.1                         | 1       | 39.5                         | 0.300                        | 0.917   |           | Y          |  |
| 3            | 273                    |             | 29.3                         | 4       | 27.6                         | 0.283                        | 0.900   |           | Y          |  |
| 4            | 200                    |             | 21.5                         | 12      | 18.2                         | 0.283                        | 0.900   |           | Y          |  |
| 5            | 132                    |             | 14.2                         | 11      | 12.2                         | 0.283                        | 0.867   |           | Y          |  |
| 6            | 72                     |             | 7.7                          | 16      | 6.1                          | 0.317                        | 0.817   |           | Y          |  |
| 7            | 785                    |             | 84.3                         | 5       | 79.0                         | 0.400                        | 0.600   |           | Y          |  |
| 8            |                        |             |                              |         |                              |                              |         |           |            |  |

$I_{Cu}^{\text{max}} = 60 \dots \text{willk.E.}$   $d_{O}^{\text{Fe}} = 6.9\text{Å}$   $p_O = 0.13$   
 $I_{Fe}^{\text{max}} / I_{Cu}^{\text{max}} = 2.104$   $d_{Cu}^{\text{Fe}} = 6.9\text{Å}$   $d_k = 1.355 \dots \text{Å}$

Bemerkungen: +) aus den LEED-Bildern lassen sich keine Fe-Schichten ableiten.

Substrattemperatur  $T_s = 200.^\circ\text{C}$       Aufdampfrate  $0.31\text{Å/s}$        $D_{R\ddot{O}} = 159.7. \text{Å} \dots \%$        $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = 9.27. \text{Hz} / \text{Å}$   
Restgasdruck  $0.2 \times 10^{-8} \text{Torr} < 0.4$        $\sum \Delta f_j = 1480 \text{Hz}$        $D_{ma} = 159.6. \text{Å} \dots \%$        $d_{Cu} = 4779.7 \dots \text{Å}$

| Stufen<br>Nr | Präparation              |                              |          | AES                          |                                | 1fd.Nr.                        | LEED              |              |
|--------------|--------------------------|------------------------------|----------|------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------|--------------|
|              | $\Delta f_i / \text{Hz}$ | $d_{R\ddot{O},f} / \text{Å}$ | $\pm \%$ | $d_{R\ddot{O},t} / \text{Å}$ | $I_{Fe} / I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu} / I_{Cu}^{\text{max}}$ | Ref1. Typ         | $r / r_{Cu}$ |
| 1            | 159                      | 17.2                         | 3        | 2                            | 1.596                          | 0.346                          | $\gamma + \alpha$ |              |
| 2            | 351                      | 37.9                         |          |                              | 1.885                          | 0.288                          | $\alpha$          |              |
| 3            | 299                      | 32.3                         |          |                              | 1.731                          | 0.327                          | $\alpha$          |              |
| 4            | 79                       | 8.5                          |          |                              | 1.115                          | 0.462                          | $\gamma$          |              |
| 5            | 57                       | 6.1                          |          |                              | 0.904                          | 0.538                          | $\gamma$          |              |
| 6            | 25                       | 2.7                          |          |                              | 0.519                          | 0.712                          | $\gamma$          |              |
| 7            | 510                      | 55.0                         |          |                              | 1.904                          | 0.192                          | $\alpha$          |              |
| 8            |                          |                              |          |                              |                                |                                |                   |              |

Bemerkungen:

$I_{Cu}^{\text{max}} = 52. \text{willk.E.}$        $d_{O}^{\text{Fe}} = 6.9. \text{Å}$        $p_O = 0.48$   
 $I_{Fe}^{\text{max}} / I_{Cu}^{\text{max}} = 2.504$        $d_{Cu} = 6.9. \text{Å}$        $d_k = 103.1. \text{Å}$

Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50528..

Präparationsdatum 28. Mai. 75... Aufbewahrungskasten 06... neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 200$  °C      Aufdampftrate:  $0.02 \text{ Å/s}$        $D_{R\ddot{o}} = 134.1 \text{ Å} \cdot 5 \cdot \% \quad \sum \Delta f_j / D_{R\ddot{o}} = 10.9 \text{ Hz/Å}$   
Restgasdruck  $0.08 < p / 10^{-8} \text{ Torr} < 0.1$        $\sum \Delta f_j = 1467 \text{ Hz}$        $D_{ma} = \dots \text{ Å} \cdot \% \quad d_{Cu} = \dots \text{ Å} \cdot 3503 \dots \text{ Å}$

| Stufen<br>Nr | Präparation              |                                 |          | $d_{R\ddot{o}, t} / \text{\AA}$ | AES                      |                          | 1fd. Nr. | LEED              |              |
|--------------|--------------------------|---------------------------------|----------|---------------------------------|--------------------------|--------------------------|----------|-------------------|--------------|
|              | $\Delta f_i / \text{Hz}$ | $d_{R\ddot{o}, f} / \text{\AA}$ | $\pm \%$ |                                 | $I_{Fe} / I_{Cu}^{\max}$ | $I_{Cu} / I_{Cu}^{\max}$ |          | Refl. Typ         | $r / r_{Cu}$ |
| 1            | 331                      | 3                               | 30.3     | 5                               | (1.173)                  | (0.442)                  | 6-8      | $\alpha$          |              |
| 2            | 263                      |                                 | 24.0     |                                 | 0.827                    | 0.635                    | 10-12    | $\alpha$          |              |
| 3            | 171                      |                                 | 15.6     |                                 | 0.654                    | 0.673                    | 16-18    | $\alpha + \gamma$ |              |
| 4            | 43                       |                                 | 3.9      |                                 | 0.673                    | 0.673                    | 20-22    | $\gamma$          |              |
| 5            | 73                       |                                 | 6.7      |                                 | 0.750                    | 0.635                    | 24-26    | $\gamma$          |              |
| 6            | 18                       |                                 | 1.6      |                                 | 0.365                    | 0.788                    | 28-30    | $\gamma$          |              |
| 7            | 586                      |                                 | 53.6     |                                 | 1.000                    | 0.538                    | 33+34    | $\alpha$          |              |
| 8            |                          |                                 |          |                                 |                          |                          |          |                   |              |

Bemerkungen:

$I_{Cu}^{max} = 52 \text{ willk.E.}$        $d_O^{Fe} = 6.9 \text{ Å}$        $p_O = 0.37$   
 $I_{Fe}^{max} / I_{Cu}^{max} = 2.108$        $d_{Cu}^{Fe} = 6.9 \text{ Å}$        $d_K = 342 \dots \text{ Å}$

Substrattemperatur  $T_s = 100.^\circ\text{C}$

Aufdampfrate  $0.20 \text{ \AA/s}$

$D_{R\ddot{O}} = 121.4 \text{ \AA} \pm \dots \%$

$\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{O}} = 9.68 \text{ Hz/\AA}$

Restgasdruck  $\dots < p/10^{-8} \text{ Torr} < 0.2$

$\sum \Delta f_j = 1175 \text{ Hz}$

$D_{ma} = \dots \text{ \AA} \pm \dots \%$

$d_{Cu} = \dots 5659 \dots \text{ \AA}$

| Stufen<br>Nr | Präparation                      |                                        |                                        |                              | AES                          |           | 1fd.Nr. | LEED            |       |
|--------------|----------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|------------------------------|------------------------------|-----------|---------|-----------------|-------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$<br>+<br>- | $d_{R\ddot{O},f}/\text{\AA}$<br>+<br>- | $d_{R\ddot{O},t}/\text{\AA}$<br>+<br>- | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | Refl.Type |         | $r/r_{Cu}$      |       |
| 1            | 234                              | 3                                      | 24,2                                   | 5                            | 1 982                        | 0.000     | 3-5     | $\alpha$        |       |
| 2            | 315                              |                                        | 32,5                                   |                              | 2.000                        | 0.000     | 8-10    | $\alpha$        |       |
| 3            | 94                               |                                        | 9,7                                    |                              | 1.643                        | 0.232     | 12-15   | $\alpha+\gamma$ |       |
| 4            | 49                               |                                        | 5,1                                    |                              | 0.982                        | 0.446     | 17-19   | $\gamma$        | 0.994 |
| 5            | 37                               |                                        | 3,8                                    |                              | 0.786                        | 0.589     | 22-24   | $\gamma$        | 1.001 |
| 6            | 19                               |                                        | 2,0                                    |                              | 0.429                        | 0.732     | 26-29   | $\gamma$        | 1.006 |
| 7            | 427                              |                                        | 44,1                                   |                              | 2.018                        | 0.018     | 32-35   | $\alpha$        |       |
| 8            |                                  |                                        |                                        |                              |                              |           |         |                 |       |

$I_{Cu}^{max} = 56 \text{ willk.E.}$   $d_{O}^{Fe} = 7.1 \text{ \AA}$   $p_O = 1 \dots$

$I_{Fe}^{max} / I_{Cu}^{max} = 2.018$   $d_{Cu} = 6.6 \text{ \AA}$   $d_k = \dots \text{ \AA}$

Bemerkungen: Stufen Nr.1 hatte eine niedrigere Aufdampfrate ( $R=0,14 \text{ \AA/s}$ )

Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50601.

Präparationsdatum 1. Juni. 75.. Aufbewahrungskasten 08. neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 100.^\circ\text{C}$  Aufdampftrate  $0.01\text{\AA}/\text{s}$   $D_{R0} = 110.4. \text{\AA} + \dots \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R0} = 10.92. \text{Hz}/\text{\AA}$   
Restgasdruck  $\dots < p/10^{-8} \text{Torr} < 0.1$   $\sum \Delta f_j = 1206 \text{Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{\AA} + \dots \%$   $d_{Cu} = \dots 3898. \dots \text{\AA}$

| Stufen<br>Nr | Präparation            |                                                                  |                              |                                                                  |                              | AES                                        |                                            | lfd.Nr. | LEED            |                   |
|--------------|------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|---------|-----------------|-------------------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | $\left  \begin{smallmatrix} + \\ - \end{smallmatrix} \right  \%$ | $d_{\text{Rö},f}/\text{\AA}$ | $\left  \begin{smallmatrix} + \\ - \end{smallmatrix} \right  \%$ | $d_{\text{Rö},t}/\text{\AA}$ | $I_{\text{Fe}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}}$ | $I_{\text{Cu}}/I_{\text{Cu}}^{\text{max}}$ |         | Refl.-Typ       | $r/r_{\text{Cu}}$ |
| 1            | 250                    | 3                                                                | 22.9                         | 0                                                                | 5                            | (2,020)                                    | (0,137)                                    | 5-7     | $\alpha$        |                   |
| 2            | 216                    |                                                                  | 20.1                         | 2                                                                |                              | 1,647                                      | 0,315                                      | 10-12   | $\alpha$        |                   |
| 3            | 181                    |                                                                  | 16.9                         | 1                                                                |                              | 1,412                                      | 0,431                                      | 14-17   | $\alpha+\gamma$ |                   |
| 4            | 41                     |                                                                  | 4.0                          | 3                                                                |                              | 0.804                                      | 0.588                                      | 20-22   | $\gamma$        |                   |
| 5            | 35                     |                                                                  | 3.0                          | 5                                                                |                              | 0.686                                      | 0.627                                      | 24-26   | $\gamma$        |                   |
| 6            | 15                     |                                                                  | 1.4                          | 0                                                                |                              | 0.431                                      | 0.765                                      | 28-30   | $\gamma$        |                   |
| 7            | 468                    |                                                                  | 42.3                         | 1                                                                |                              | 1.647                                      | 0.333                                      | 34+35   | $\alpha$        |                   |
| 8            |                        |                                                                  |                              |                                                                  |                              |                                            |                                            |         |                 |                   |

Bemerkungen:

$I_{Cu}^{\text{max}} = 51. \text{willk. E.}$   $d_{O}^{\text{Fe}} = 6.9. \text{\AA}$   $p_O = 0.65$   
 $I_{Fe}^{\text{max}} / I_{Cu}^{\text{max}} = 2.469.$   $d_{Cu}^{\text{Cu}} = 6.9. \text{\AA}$   $d_k = 969.3. \dots \text{\AA}$

Präparationsdatum 3..Juni.75.. Aufbewahrungskasten .09..neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 20.0^\circ\text{C}$  Aufdampftrate  $0.02 \text{ \AA/s}$   $D_{R\ddot{o}} = 89.9. \text{ \AA} \pm .5 \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{o}} = .9. \pm .7. \text{ Hz/\AA}$   
Restgasdruck  $\dots < p / 10^{-8} \text{ Torr} < 0.2$   $\sum \Delta f_j = 878. \text{ Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{ \AA} \pm \dots \%$   $d_{Cu} = (354.3 \pm 19.00) \text{ \AA} (+)$

| Stufen<br>Nr | Präparation            |                                           |                              |                                           |                              | AES                          |                              | LEED    |          |                 |       |
|--------------|------------------------|-------------------------------------------|------------------------------|-------------------------------------------|------------------------------|------------------------------|------------------------------|---------|----------|-----------------|-------|
|              | $\Delta f_i/\text{Hz}$ | $\begin{vmatrix} + \\ - \end{vmatrix} \%$ | $d_{R\ddot{o},f}/\text{\AA}$ | $\begin{vmatrix} + \\ - \end{vmatrix} \%$ | $d_{R\ddot{o},t}/\text{\AA}$ | $I_{Fe}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu}/I_{Cu}^{\text{max}}$ | lfd.Nr. | Refl.Typ | $r/r_{Cu}$      |       |
| 1            | 199                    | 3                                         | 20.4                         | 22                                        | 5                            | 15.0                         | 2.115                        | 0.000   | 2-4      | $\alpha$        |       |
| 2            | 142                    |                                           | 14.5                         | 9                                         |                              | 12.7                         | 2.019                        | 0.038   | 7-9      | $\alpha$        |       |
| 3            | 97                     |                                           | 9.9                          | 4                                         |                              | 10.5                         | 1.808                        | 0.192   | 12-14    | $\alpha+\gamma$ |       |
| 4            | 25                     |                                           | 2.6                          | 5                                         |                              | 2.8                          | 0.769                        | 0.615   | 16-18    | $\gamma$        | 1.006 |
| 5            | 36                     |                                           | 3.7                          | 0                                         |                              | 3.7                          | 1.058                        | 0.462   | 21-23    | $\gamma$        | 0.996 |
| 6            | 14                     |                                           | 1.4                          | 5                                         |                              | 1.5                          | 0.423                        | 0.808   | 25-28    | $\gamma$        | 0.995 |
| 7            | 365                    |                                           | 37.4                         | 11                                        |                              | 43.7                         | 2.096                        | 0.000   | 31-34    | $\alpha$        |       |
| 8            |                        |                                           |                              |                                           |                              |                              |                              |         |          |                 |       |

$I_{Cu}^{\text{max}} = 52. \text{ willk.E.}$   $d_o^{\text{Fe}} = 5.3. \text{ \AA}$   $p_o = 1. \dots$   
 $I_{Fe}^{\text{max}} / I_{Cu}^{\text{max}} = 2.16 \dots$   $d_{Cu} = 5.3. \text{ \AA}$   $d_k = \dots \text{ \AA}$   
Bemerkungen: +) aus den letzten vier Proben gemittelt, da Eichobjekt bei  $R\ddot{o}$  Cu verschwunden

# Fe-Treppenschicht auf Cu(111) Nr.: 50605.

Präparationsdatum 5.:Juni.75.. Aufbewahrungskasten ..10..neu.....

Substrattemperatur  $T_s = 20.0^\circ\text{C}$  Aufdampftrate  $0.30 \text{ \AA/s}$   $D_{R\ddot{o}} = 84.9 \text{ \AA} \pm 5. \%$   $\sum \Delta f_j / D_{R\ddot{o}} = 10.54 \text{ Hz/\AA}$   
 Restgasdruck  $0.03 \times 10^{-8} \text{ Torr}$   $\sum \Delta f_j = 894 \text{ Hz}$   $D_{ma} = \dots \text{ \AA} \pm \dots \%$   $d_{Cu} = 1112.6 \dots \text{ \AA}$

| Stufen<br>Nr | Präparation              |                                 |          | AES                             |                                | 1fd.Nr.                        | LEED      |                   |
|--------------|--------------------------|---------------------------------|----------|---------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-----------|-------------------|
|              | $\Delta f_i / \text{Hz}$ | $d_{R\ddot{o}, f} / \text{\AA}$ | $\pm \%$ | $d_{R\ddot{o}, t} / \text{\AA}$ | $I_{Fe} / I_{Cu}^{\text{max}}$ | $I_{Cu} / I_{Cu}^{\text{max}}$ | Refl.Type | $r / r_{Cu}$      |
| 1            | 159                      | 3                               | 5        | 14.2                            | 1.649                          | 0.000                          | 4-6       | $\alpha$          |
| 2            | 126                      |                                 | 4        | 11.9                            | 1.561                          | 0.105                          | 9-11      | $\alpha$          |
| 3            | 84                       |                                 | 1        | 8.7                             | 1.404                          | 0.246                          | 13-15     | $\alpha + \gamma$ |
| 4            | 39                       |                                 | 6        | 3.5                             | 0.632                          | 0.526                          | 18-20     | $\gamma$          |
| 5            | 32                       |                                 | 4        | 2.6                             | 0.429                          | 0.614                          | 23-25     | $\gamma$          |
| 6            | 19                       |                                 | 10       | 1.5                             | 0.140                          | 0.754                          | 27-29     | $\gamma$          |
| 7            | 432                      |                                 | 13       | 42.5                            | 1.649                          | 0.000                          | 32+33     | $\alpha$          |
| 8            |                          |                                 | 3        |                                 |                                |                                |           |                   |

$I_{Cu}^{\text{max}} = 57. \text{ willk.E.}$   $d_{O}^{Fe} = 6.4 \text{ \AA}$   $p_O = 1. \dots$   
 $I_{Fe}^{\text{max}} / I_{Cu}^{\text{max}} = 1.649.$   $d_{Cu}^{O} = 6.1 \text{ \AA}$   $d_K = \dots \text{ \AA}$   
 Bemerkungen:

## LEBENS LAUF

29. April 1939 geboren in Mainz als Sohn des Dipl.-Ing. Dr. Hans-Eberhard Tillmanns und seiner Ehefrau Dorothea, geb. Funcke
- 1946-1960 Volksschule und Gymnasium in Mülheim/Ruhr
- 1960 Beginn des Studiums der Physik in Marburg
- 1964-1965 Studium an der TU Berlin
- 1967 Fächerprüfung und Beginn der Diplomarbeit
- 1970 Abschluß der Diplomarbeit und Beginn der Dissertation
- 1975 Eintritt ins Referendariat für das Lehramt an Gymnasien





